

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY
COLLECTION DES THÈSES DE LA FACULTÉ DES SCIENCES
SCIENCES PHYSIQUES

PREMIÈRE THÈSE

**Etude de la restauration et de la recristallisation du fer
de pureté électrolytique. Comparaison avec quelques autres
métaux et en particulier avec le zinc**

DEUXIÈME THÈSE

**Les différents types d'appareils de mesures de susceptibilité, perméabilité
et d'anisotropie magnétiques. Le magnétomètre de Foner.**

présentées à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Physiques

par

Jean-Pierre HILGER

Licencié ès-Sciences Physiques
Attaché de Recherches au C.N.R.S.

Soutenues le 21 Avril 1970, devant la Commission d'Examen

JURY :

Membres du jury :

Président : M. le Doyen J. AUBRY

Examineurs : MM. les Professeurs J. BOLFA
R. FAIVRE
F. DAVOINE

Invité : M. le Professeur P. LACOMBE

1970

PUBLICATIONS DE L'UNIVERSITÉ DE NANCY
COLLECTION DES THÈSES DE LA FACULTÉ DES SCIENCES
SCIENCES PHYSIQUES

PREMIÈRE THÈSE

**Etude de la restauration et de la recristallisation du fer
de pureté électrolytique. Comparaison avec quelques autres
métaux et en particulier avec le zinc**

DEUXIÈME THÈSE

**Les différents types d'appareils de mesures de susceptibilité, perméabilité
et d'anisotropie magnétiques. Le magnétomètre de Foner.**

présentées à la Faculté des Sciences de l'Université de Nancy
pour obtenir le grade de Docteur ès-Sciences Physiques

par

Jean-Pierre HILGER

Licencié ès-Sciences Physiques
Attaché de Recherches au C.N.R.S.

Soutenues le 21 Avril 1970, devant la Commission d'Examen

JURY :

Membres du jury :

Président : M. le Doyen J. AUBRY

Examineurs : MM. les Professeurs J. BOLFA

R. FAIVRE

F. DAVOINE

Invité : M. le Professeur P. LACOMBE

1970



ANNEE SCOLAIRE 1969 - 1970

Doyen : M. AUBRYAssesseur : M. GAYDoyens honoraires : MM. CORNUBERT - ROUBAULT

Professeurs honoraires : MM. RAYBAUD - LAFFITTE - LERAY - JOLY - LAPORTE
 EICHBORN - CAPELLE - GODEMENT - DUBREIL - L. SCHWARTZ - DIEUDONNE - DE MAL-
 LEMAN - LONGCHAMBON - LETORT - DODE - GAUTHIER - GOUDET - OLMER - CORNUBERT
 CHAPELLE - GUERIN - WAHL

Maître de Conférences honoraires : MM. LIENHART - PIERRET - M^{le} MATHIEUPROFESSEURS

MM. ROUBAULT	<i>Géologie</i>	GAYET	<i>Physiologie</i>
VEILLET	<i>Biologie animale</i>	HADNI	<i>Physique</i>
BARRIOL	<i>Chimie Théorique</i>	*BASTICK	<i>Chimie</i>
BIZETTE	<i>Physique</i>	DUCHAUFOR	<i>Pédologie</i>
GUILLIEN	<i>Electronique</i>	GARNIER	<i>Agronomie</i>
LEGRAS	<i>Mécanique Rationnelle</i>	NEEL	<i>Chimie Organique Indust.</i>
BOLFA	<i>Minéralogie</i>	BERNARD	<i>Géologie Appliquée</i>
NICLAUSE	<i>Chimie</i>	*CHAMPIER	<i>Physique</i>
FAIVRE	<i>Physique Appliquée</i>	*GAY	<i>Chimie Biologique</i>
AUBRY	<i>Chimie Minérale</i>	STEPHAN	<i>Zoologie</i>
COPPENS	<i>Radiogéologie</i>	*CONDE	<i>Zoologie</i>
DUVAL	<i>Chimie</i>	*WERNER	<i>Botanique</i>
FRUHLING	<i>Physique</i>	EYMARD	<i>Calcul Différentiel & Intégral</i>
HILLY	<i>Géologie</i>	LEVISALLES	<i>Chimie Organique</i>
LE GOFF	<i>Génie Chimique</i>	FELDEN	<i>Physique</i>
SUHNER	<i>Physique Expérimentale</i>	*GOSSE	<i>Mécanique Physique</i>
CHAPON	<i>Chimie Biologique</i>	DAVOINE	<i>Physique (ENSMIM)</i>
HEROLD	<i>Chimie Minérale Indust.</i>	HORN	<i>Physique (1er Cycle)</i>
SCHWARTZ B.	<i>Exploitation Minière</i>	*ROCCI	<i>Géologie</i>
MALAPRADE	<i>Chimie</i>	DELPUECH	<i>Chimie Physique</i>
* MANGENOT	<i>Botanique</i>		

N *Chimie Biologique*
 N *Mécanique Appliquée*
 N *Analyse Supérieure*
 N *Méthodes Mathématiques de la Physique*
 N *Mécanique Rationnelle*

(*) *Professeur titulaire à titre personnel*

PROFESSEURS SANS CHAIRE

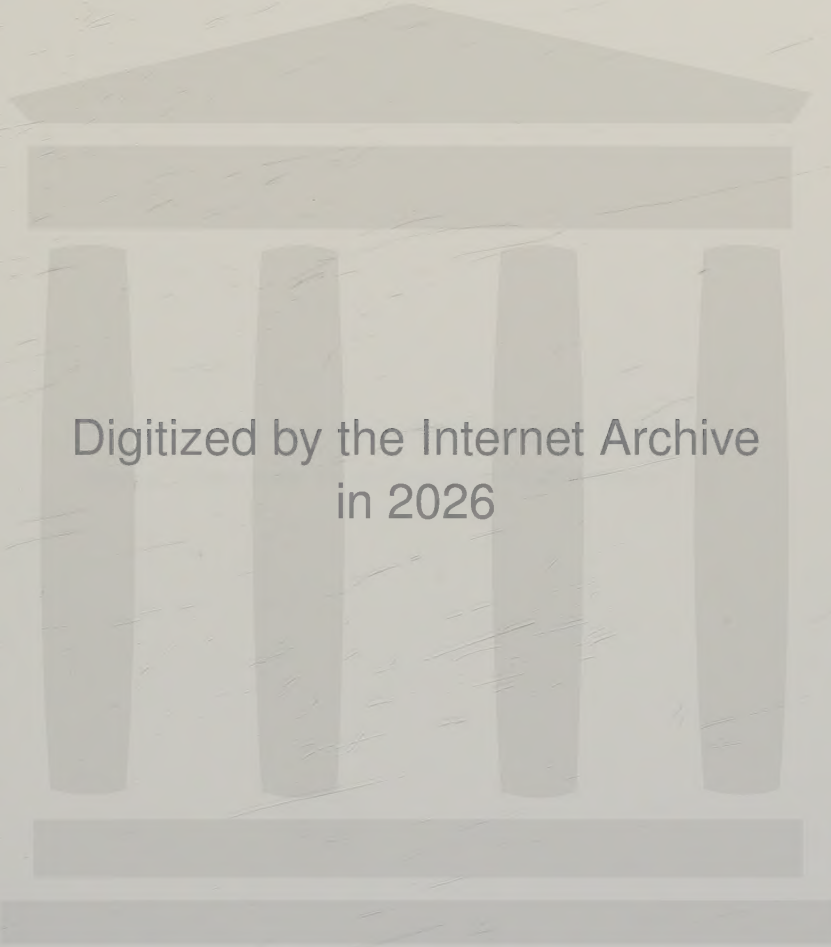
Mme BASTICK	<i>Chimie P.C. Epinal</i>	BALESDENT	<i>Thermodynamique, Chimie Appliquée (ENSIC)</i>
MM. GUDEFIN	<i>Physique</i>	BLAZY	<i>Minéralogie Appliquée (ENSG)</i>
VUILLAUME	<i>Psychophysiologie</i>	JANOT	<i>Physique P.C. Epinal</i>
FRENTZ	<i>Biologie Animale</i>	CACHAN	<i>Entomologie Appliquée (ENSA)</i>
MARI	<i>Chimie (ISIN)</i>	JACQUIN	<i>Pédologie et Chimie agricoles</i>
AUROUZE	<i>Géologie</i>	MAINARD	<i>Physique M.P.</i>
DEVOT	<i>Physique du Solide</i>	MARTIN	<i>Chimie P.C.</i>
FLECHON	<i>Physique P.C.</i>	PAULMIER	<i>Mécanique Expérimentale</i>
Mlle HUET	<i>Mathématiques C.B.G</i>	PROTAS	<i>Minéralogie</i>
VIGNES	<i>Métallurgie</i>		
JURAIN	<i>Géologie C.B.G</i>		

MAITRE DE CONFERENCES

MM. JOZEFOWICZ	<i>Physico-Chimie</i>	ROQUES	<i>Chimie Minérale</i>
RIVAIL	<i>Chimie Appliquée (U CES)</i>	FERRIER	<i>Mathématiques</i>
VILLERMAUX	<i>Génie Chimique</i>	GILORMINI	<i>Mécanique (ISIN)</i>
METCHE	<i>Biochimie appl. (Brasserie)</i>	DEXHEIMER	<i>Botanique</i>
PAIR	<i>Mathématiques Appliquées</i>	CASTRO	<i>Chimie Organique</i>
BAUMANN	<i>Physique 1er Cycle</i>	N.	<i>Mécanique des fluides (ISIN)</i>
DURAND	<i>Physique</i>	N.	<i>Mathématiques</i>
GRANGE	<i>Physique (ISIN)</i>	N.	<i>Mathématiques P.C.</i>
DEPAIX	<i>Probabilités et statist.</i>	N.	<i>Mathématiques C.B.G.</i>
BAVEREZ	<i>Chimie (ENSIC)</i>	N.	<i>Physiologie Animale</i>
CHAMBON	<i>Exploit. Minière (Mines)</i>	N.	<i>Mathématiques M.P.</i>
HUSSON	<i>Physique (ENSEM)</i>	N.	<i>Chimie Organique</i>
WEISSLINGER	<i>Physique</i>	N.	<i>Chimie (ENSIC)</i>
GERL	<i>Physique (ENSEM)</i>	N.	<i>Mathématiques</i>

CHARGES D'ENSEIGNEMENTS

MM. AMARIGLIO - COEURE - DAVRAINVILLE - GIRARDEAU - HILY - MAURIN - NOVERRAZ - OVAERT - ROYER - WEBER -



Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41547413_0010

A MON MAITRE, Monsieur le Professeur René FAIVRE
Hommage respectueux et profondément reconnaissant.

A MES PARENTS

A MA FEMME

A MES ENFANTS

Témoignage d'affection.

AVANT - PROPOS

Le problème de l'évolution par recuit en condition isotherme des métaux préalablement écrouis, a suscité d'innombrables études. Beaucoup d'entre elles ont été faites sur des monocristaux ou, parfois sur des bicristaux qui présentent les uns et les autres l'avantage de pouvoir être déformés suivant une direction déterminée ce qui conduit à des renseignements précis sur les relations d'orientation. Dans le cas des échantillons polycristallins, les différents chercheurs ont étudié uniquement deux cas extrêmes : l'écrouissage par traction avec un faible taux de déformation, l'écrouissage par laminage avec un degré de déformation élevé qui conduit à des textures d'orientation très fortement marquées. Les résultats obtenus dans les deux cas ne peuvent évidemment qu'être très différents, aussi a-t-on souvent confondu deux processus de recristallisation dits l'un de migration des joints, l'autre de germination et croissance. Nous avons préféré employer l'essai de compression qui conduit à une large gamme d'états d'écrouissage dont on peut étudier facilement deux termes très proches. A notre connaissance ce sont C. Crussard en 1944 (1) et P.A. Beck en 1950 (2) qui, dans le cas de l'aluminium, ont parlé les premiers de migration des joints. Ce phénomène a été étudié de plus près ces dernières années ce qui a permis au Professeur G. Chaudron de conclure à l'issue du 7ème Colloque de Métallurgie (3) :

"Un des points principaux de ce colloque a été certainement, à notre avis, l'importance qui a été donnée à la considération de deux sortes d'écrouissages critiques, "écrouissage de croissance" et "écrouissage de germination". Cette notion avait été souvent soupçonnée, mais on n'avait jamais montré tout son intérêt. La tendance à ne voir qu'un seul écrouissage critique faisait croire que la recristallisation était due uniquement au phénomène dit "de germination et croissance".

Une étude systématique de la restauration et de la recristallisation de fils métalliques a été faite au Laboratoire de Physique de l'Etat Métallique

de la Faculté des Sciences et de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy entre 1961 et 1965 sous la direction de Monsieur le Professeur René FAIVRE. Elle a fait l'objet de plusieurs Diplômes d'Etudes Supérieures et de Notes à l'Académie des Sciences (4 à 15).

A l'époque, Monsieur le Professeur FAIVRE, après nous avoir accueilli avec beaucoup de gentillesse dans son laboratoire, nous guida et nous conseilla constamment au cours de notre étude sur les fils de zinc. Il nous demanda de reprendre tous ces travaux après une interruption de deux ans due aux obligations militaires. Qu'il nous soit permis d'exprimer ici à Notre Maître, notre très grande reconnaissance pour la confiance jamais démentie dont il nous a honoré et pour l'intérêt constant qu'il a porté à notre étude.

Nos remerciements respectueux s'adressent à Monsieur le Professeur G. CHAUDRON, Membre de l'Institut, qui a bien voulu présenter à l'Académie des Sciences des Notes qui exposent une partie de ce travail.

Nous remercions notre parrain au C.N.R.S, Monsieur le Professeur P. LACOMBE de la Faculté des Sciences d'Orsay et de l'Ecole des Mines de Paris, pour son appui bienveillant pendant toute la durée de nos recherches. Nous sommes particulièrement sensible à l'honneur qu'il nous a fait en acceptant de venir à Nancy et de se joindre à notre jury de thèse.

Nous sommes également reconnaissant à Monsieur le Doyen J. AUBRY qui a bien voulu accepter de présider notre jury d'examen et nous proposer notre second sujet de thèse.

Nous adressons nos plus vifs remerciements à Monsieur le Professeur J. BOLFA pour avoir accepté de participer à notre jury d'examen et pour l'aide que nous avons rencontrée dans son laboratoire lors de la préparation de notre deuxième sujet.

Nous prions Monsieur le Professeur F. DAVOINE, Directeur de l'Ecole Nationale Supérieure de la Métallurgie et de l'Industrie des Mines de Nancy d'agréer l'expression de nos sentiments de respectueuse gratitude. C'est avec beaucoup de gentillesse qu'il a accepté de participer au jury de cette thèse.

Que tous mes camarades de laboratoire veuillent trouver ici un témoignage d'amitié et de reconnaissance. Nous remercions enfin Monsieur GARILLOT pour toute la documentation qu'il nous a procurée, Monsieur HENNINGER et ses collaborateurs pour l'usage de nos nombreuses éprouvettes de compression, Messieurs J.C. VIGNERON et COLLERET, Madame NOBLE, pour leur participation à la mise en forme et à la présentation de ce mémoire.

INTRODUCTION

La restauration et la recristallisation des métaux sont des phénomènes complexes qui comprennent chacun plusieurs étapes et plusieurs processus qui très souvent se superposent et peuvent être accompagnés d'autres phénomènes très différents comme, par exemple, le vieillissement ou le maclage. Nous avons donc dû nous placer d'abord dans des conditions où ces phénomènes supplémentaires ne se produisent pas et où les véritables processus élémentaires sont parfaitement séparés. Ces conditions orientent le choix :

- du métal étudié
- de la technique expérimentale
- des valeurs des facteurs essentiels que sont la température, le temps, la microstructure et le taux de déformation du métal.

Le choix du métal est évidemment d'abord guidé par la condition que les températures auxquelles il subit les phénomènes soient facilement accessibles. Il faut également que les "degrés d'écrouissage critique" qui séparent les différents processus élémentaires soient assez élevés et assez éloignés les uns des autres.

Le fer, en sa qualité de métal cubique centré ne donne pas de macles mécaniques. Il satisfait donc très bien aux trois conditions précédentes. Cependant, son aptitude au vieillissement l'élimine en ce qui concerne l'étude de la restauration pour laquelle nous l'avons remplacé par les métaux cubiques à faces centrées.

Le choix de la technique expérimentale est dicté avant tout par des problèmes de sensibilité.

L'essai de traction et, en particulier, la détermination de la limite élastique est très sensible à la restauration et au début de la recristallisation mais il ne permet pas d'atteindre les degrés d'écrouissage très élevés. L'essai de compression doit lui être substitué dans ce domaine.

La micrographie optique, insensible au début de la restauration, permet de déceler très facilement la polygonisation et la recristallisation. La microscopie électronique convient à l'étude de la polygonisation et du début de la recristallisation. Les renseignements qu'elle donne sur l'état écroui permettent de définir de façon précise l'état initial du métal.

Ce n'est qu'après une analyse complète de ces cas élémentaires que nous nous sommes attaqué à l'étude de leur superposition et à celle des métaux qui, comme le zinc, se maclent au cours de leur déformation plastique.

Ces considérations nous amènent à étudier, dans un premier chapitre, la restauration à la température ordinaire du cuivre, de l'aluminium, de l'or et de l'argent puis celle du fer et du zinc alors que les chapitres II, III & IV sont consacrés surtout à la polygonisation et à la recristallisation du fer.

Très vite nous nous sommes aperçu que le diamètre du grain initial et toute "l'histoire de l'échantillon" (ces deux points étant d'ailleurs liés) sont très importants. C'est pourquoi nous nous sommes attaché à définir, dans un premier temps, un état initial des fils et des échantillons de compression qui soit parfaitement reproductible et d'étudier les phénomènes de recristallisation dans le cas du fer après une déformation variable et une durée de recuit moyenne de 30 mn. à 700°C. Nous y avons spécialement étudié les variations de la taille du grain obtenu après ce recuit en fonction du taux de compression préalable ; nous avons interprété les différentes parties de la courbe obtenue en suivant par micrographie l'évolution locale du grain au cours des premiers

instants du recuit ; nous avons ensuite étudié les variations de la limite élastique en fonction de la température et de la durée de recuit pour des taux de déformation voisins des deux taux caractéristiques trouvés par micrographie. Dans un deuxième temps (chapitre III), nous avons déterminé, à partir des résultats antérieurs, les conditions expérimentales de préparation des fils ou des échantillons de compression de fer pour obtenir une gamme d'échantillons, de taille de grains, pratiquement uniforme, pouvant aller de 600 à 15 μ et même en deça. Nous avons étudié le comportement de tous ces échantillons au cours d'un nouveau cycle déformation-recuit. Nous avons également étudié, pour compléter cette étude, l'effet d'un recuit prolongé qui fait croître les nouveaux cristaux de recristallisation.

Enfin, nous avons étudié tous ces phénomènes en microscopie électronique et en microdiffraction des électrons sur lames minces "taillées" dans les échantillons de compression. Ces lames sont assez délicates à réaliser. Elles présentent cependant l'avantage de rendre compte de ce qui se passe au coeur d'un échantillon massif alors que les tôles de 50 à 100 μ d'épaisseur se prêtent infiniment mieux à la préparation de lames minces mais elles conduisent fréquemment à des résultats contradictoires ce qui s'explique par le fait qu'alors la section de l'échantillon ne touche plus qu'un ou deux cristaux : les phénomènes de surface perturbent les mécanismes de recristallisation.

Pour terminer, nous avons confronté tous les résultats obtenus avec ceux d'autres travaux effectués dans notre laboratoire. Nous traitons plus particulièrement le cas du zinc dans cette perspective (chapitre V).

CHAPITRE I

RESTAURATION A LA TEMPERATURE ORDINAIRE

I - CONDITIONS EXPERIMENTALES

I - Métaux étudiés

Le cuivre que nous avons utilisé est du cuivre Koch-Light à 99,999 % en barres de 5 mm de diamètre.

L'or et l'argent, de pureté 99,99 %, se présentent sous la forme de fils de 0,8 mm de diamètre.

L'aluminium possède une pureté de 99,9928 % et se présente sous la forme de lingots ; il contient en

p.p.m. : cuivre	52
fer	15
silicium	5

Le fer et le zinc sont respectivement du fer électrolytique à 99,98 % en plaquettes de 6 à 7 mm d'épaisseur et du zinc R.P. en grenaille dont les analyses données par le fournisseur sont rassemblées dans le tableau ci-après.

ZINC		FER	
Impuretés	p.p.m.	Impuretés	p.p.m.
Insoluble dans H_2SO_4	200	carbone	20
Produits réducteur (en Fe)	120	soufre	30
Arsenic	0,2	phosphore	1
		oxygène	30
		zinc	30
		autres métalloïdes ..	50
		autres métaux	6

2 - Elaboration des fils

a) Cas de l'or, de l'argent, du cuivre et de l'aluminium

Les fils d'or et d'argent de 0,8 mm de diamètre sont tréfilés respectivement jusqu'à 0,4 et 0,5 mm sur un banc à tréfiler suivant une technique décrite par Mayer (5). Nous les découpons en longueurs de 70 mm avant de les recuire pendant 2 mn. à 650°C.

Les cylindres de cuivre de 5 mm de diamètre ou les baguettes d'aluminium de $5 \times 5 \text{ mm}^2$ de section sont laminés au laminoir à gorges jusqu'à une section de $2 \times 2 \text{ mm}^2$ puis tréfilés jusqu'à 1 mm de diamètre comme ci-dessus à l'aide d'une série de filières en carbure de tungstène échelonnées de 0,1 en 0,1 mm. Au cours de ces opérations, l'ébauche est toujours orientée dans le même sens alors que dans le cas du laminage nous présentons l'ébauche 4 fois à la même gorge en la faisant tourner de 90° autour d'elle-même après chaque passage. Les fils ainsi obtenus sont recuits 2 mn. à 650°C dans le cas du cuivre et 2 mn. à 600°C dans le cas de l'aluminium. Tous ces métaux ont donc subi seulement un traitement thermique final de courte durée ce qui permet d'avoir une structure

à grains fins (de l'ordre de $15\ \mu$) autorisant une bonne reproductibilité des essais de traction et un allongement à la rupture de 35 à 45 % suivant les métaux, ce que nous recherchions.

b) Cas du zinc et du fer

Le zinc en grenaille n'est pas directement utilisable. Nous l'avons fondu à l'air dans un creuset de graphite puis coulé dans une nacelle de porcelaine de forme rectangulaire lorsque nous préparons des fils. Nous le laissons refroidir et se solidifier dans le creuset lorsque nous voulons obtenir des échantillons cylindriques de compression. Il faut noter que le zinc se présente sous la forme de gros cristaux et qu'il est difficilement laminable dans cet état. Nous avons remédié à cette situation en affinant la structure par une légère compression du lingot brut sur la machine Amsler de 20 tonnes ou par un martelage suivi d'un recuit de faible durée à 300°C . L'ébauche est ensuite laminée jusqu'à une section de $2 \times 2\ \text{mm}^2$ puis tréfilée jusqu'à un diamètre de 1 mm.

Le fer électrolytique lui non plus n'est pas directement utilisable car ses cristaux sont aussi très gros et tous orientés dans la direction de dépôt électrolytique. Enfin, il contient certainement de l'hydrogène dissous. Nous ne l'avons pas refondu, mais seulement recuit ; au début de ce travail, nous opérons dans le domaine γ à 930°C , maintenant nous restons en haut du domaine α . La durée de recuit est de 15 mn. dans les deux cas. Si nous faisons une entrée d'air dans l'enceinte contenant le fer encore rouge, nous constatons que des gaz s'enflamment. Après ce traitement, les ébauches de section carrée de 6 à 7 mm de côté sont parfaitement laminables à froid et la suite des opérations se fait comme dans le cas du zinc.

3 - Recuit des échantillons

Les recuits des échantillons, soit à la fin de l'élaboration, soit au moment des expériences de recristallisation, sont effectués suivant la température dans des ampoules de pyrex ou de vycor, scellées sous un vide de 10^{-4} torrs.

Pendant l'élaboration nous avons utilisé de préférence un tube de quartz de 12 mm de diamètre fermé à une extrémité. A l'autre extrémité, nous avons adapté un bouchon traversé par un tube en pyrex muni d'un robinet. Ce système permet de faire le vide dans l'enceinte après y avoir logé une longueur de fil de 1 à 2 m. Nous introduisons ensuite ce tube dans le tube laboratoire du four.

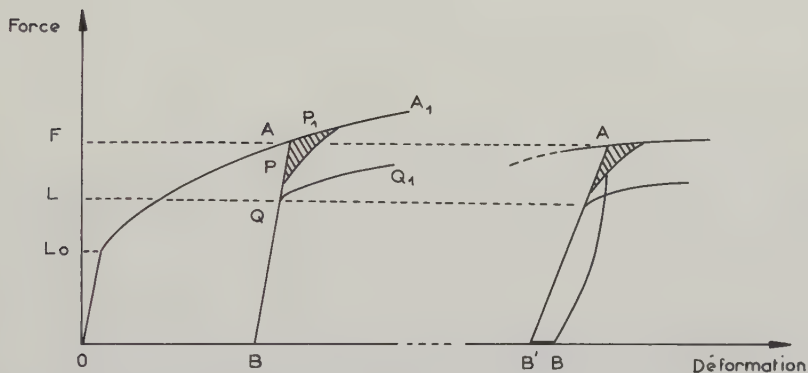
Les fours utilisés sont du type Chévenard, horizontal, réglés en "tout ou rien". Les ampoules sont placées dans la partie centrale du four où la température est mesurée à l'aide d'un thermocouple. Si la précision est de l'ordre de $\pm 2^{\circ}\text{C}$ pour des températures et des durées de recuit moyennes, elle n'est plus que de l'ordre de $\pm 5^{\circ}\text{C}$ pour des recuits de très longue durée (quelques semaines ou quelques mois et ce, malgré une surveillance étroite). Les ampoules retirées du four sont refroidies à l'air et conservées à la température ordinaire jusqu'au moment de l'utilisation sauf dans le cas du fer où les échantillons sont trempés puis conservés au froid à $- 5^{\circ}\text{C}$ pour éviter le vieillissement (14) au cours de leur stockage avant essai.

4 - Essai de traction interrompue

Les essais de traction sur fils sont effectués sur la micromachine de traction Chévenard avec une vitesse de déformation de 5 mm/mn. et une lame ressort dont le choix dépend du diamètre et de la nature du métal. Dans la majeure partie de nos essais, les éprouvettes ont 1 mm. de diamètre et 50 mm de longueur utile. Quelques expériences ont été faites à $- 80^{\circ}\text{C}$. Dans ce cas, les éprouvettes baignent dans un mélange carboglace-acétone. L'allongement est mesuré à l'aide d'un comparateur préalablement étalonné. Ce procédé nous permet de déformer l'échantillon jusqu'à un taux choisi à l'avance et de le ramener sous charge nulle en inversant le sens de rotation du moteur. L'effort auquel est soumis le fil décroît progressivement jusqu'à une valeur nulle. Le point figuratif décrit alors sensiblement un segment de droite AB (*figure 1*) sauf dans le cas du zinc. Lorsqu'il arrive en B, nous inversons de nouveau le sens de rotation du moteur ;

le point figuratif décrit alors sensiblement le même segment en sens inverse puis un arc de courbe AA_1 exactement dans le prolongement de l'arc OA . La déformation est donc constamment réversible le long du segment AB et proportionnelle à l'effort. Avec la sensibilité dont nous disposons, nous n'avons pas discerné de phénomène d'hystérésis.

FIGURE 1



a) cas général

b) cas du zinc

Principe des essais de traction ou de compression interrompue. Définition de l'aire d'irréversibilité $S = PAP_1P$ et du degré d'avancement de restauration

$$x = \frac{F - L}{F - L_0}$$

La restauration comporte deux stades : au cours du premier ($ABPP_1A_1$) l'arc de courbe P_1A_1 , après repos ou recuit, se place dans le prolongement de la courbe OA (avant repos ou recuit) ; au cours du deuxième stade, il se produit un décrochement en Q , l'arc QQ_1 est sensiblement parallèle à AA_1 .

a) Cas général

b) Cas du zinc : phénomène de recouvrance

Si nous laissons quelques instants l'éprouvette sous charge nulle avant de la remettre sous tension et continuer à la déformer, nous constatons que le point figuratif quitte le segment BA en P avant d'arriver en A et rejoint

l'arc AA_1 suivant PP_1 . Le métal subit donc une légère déformation plastique avant que la charge maximale précédente F n'ait été atteinte. De plus, l'aire comprise à l'intérieur de PAP_1P croît quand la durée de repos sous charge nulle croît. Nous pensons que la restauration intervient déjà et se traduit par une diminution de la contrainte effective nécessaire pour créer une certaine déformation.

Si nous remplaçons la période de repos par un véritable recuit fait en dehors de la machine de traction, nous constatons que l'irréversibilité augmente et que le point figuratif décrit le segment BQ puis l'arc de courbe QQ_1 et ne rejoint plus la courbe AA_1 . Cette fois-ci nous avons atteint un degré de restauration plus élevé et même, peut être la recristallisation.

Pour étudier quantitativement ce phénomène, nous avons mesuré, dans le premier cas, l'aire PAP_1P au planimètre et, dans le deuxième cas, nous avons défini un rapport $\frac{L}{F}$ ou $x = \frac{F - L}{F - L_0}$ qui représente l'état d'écrouissage subsistant après recuit. L_0 , F et L sont respectivement les limites élastiques conventionnelles à 0,2 % près des échantillons avant écrouissage, après écrouissage et après écrouissage suivi de recuit. x est compris entre la valeur 0 obtenue lorsque l'écrouissage maximal ($L = F$) est atteint par le métal à l'instant précédant la décharge et la valeur 1 correspondant à l'état initial ($L = L_0$).

Le zinc (comme le cadmium) présente un phénomène particulier. Quand nous arrêtons l'essai de traction en A (*figure 1b*) le fil continue à s'allonger par fluage pendant le début de la décharge. En fin de décharge et dans les premiers instants qui la suivent, le fil subit une véritable contraction. Ceci se traduit par une courbe de décharge incurvée. Arrivé en B sur l'axe des allongements (charge nulle), le point figuratif parcourt cet axe sur une certaine distance (contraction) puis se stabilise en un point B' qui, comme dans les autres métaux, est le point de départ de la courbe de recharge.

Cette fois-ci la déformation n'est plus proportionnelle à l'effort. Il ne s'agit pas non plus d'hystérésis mais de recouvrance. Cette recouvrance est

un fluage après décharge : la déformation subsistant après suppression de la sollicitation, se réduit progressivement. C'est dans les métaux hexagonaux que nous trouvons ce phénomène.

Dans tous les cas nous avons pris l'aire $\underline{S}$ d'irréversibilité comme paramètre définissant quantitativement le premier stade de la restauration. Cette aire représente une énergie qui est très faible. C'est grâce au planimètre et à un enregistrement photographique de l'essai de traction à l'aide d'un trépied optique très sensible (rapport d'amplification $\times 63$) que nous avons pu la mesurer.

II - RESTAURATION DES METAUX CUBIQUES A FACES CENTREES

Nous avons mesuré, à la température ordinaire, les variations de $\underline{S}$ en fonction de la durée de repos sous charge nulle pour des allongements avant repos de 5,15 et 35 %.

Nous constatons :

- que même pour une durée de repos nulle (recharge immédiate) l'aire n'est pas tout à fait nulle ; ceci peut être dû aux erreurs de mesure (épaisseur des traits) et au fait que la décharge et la charge ne sont pas instantanées.

- que l'aire croît rapidement dans la première demi-heure (*figure 2*) puis très lentement.

- que l'aire croît avec le degré d'écrouissage.

Nous avons fait des expériences jusqu'à des durées de repos de 3 mois dans le cas du cuivre. L'aire semble tendre vers une limite de :

$1,5 \times 10^{-3}$ cal/g pour un allongement de 5 %

3×10^{-3} cal/g pour un allongement de 15 %

$5,8 \times 10^{-3}$ cal/g pour un allongement de 35 %.

Pour l'allongement de 35 %, nous avons effectué les mêmes expériences en remplaçant la période de repos par un recuit à 45°C, température un peu supérieure à la température ambiante. Nous constatons que le phénomène est accéléré et nous atteignons une limite de $6,5 \times 10^{-3}$ cal/g. Cette limite, légèrement supérieure à celle que nous obtenons à la température ordinaire, est atteinte au bout de 90 heures.

Lorsque nous opérons à une température plus élevée, la courbe de recharge après recuit ne rejoint plus le prolongement de la courbe avant décharge mais se place légèrement en dessous. Il subsiste un décalage franc qui est d'autant plus important que la température de recuit est plus grande.

La restauration comprend donc un premier stade qui se traduit seulement par un écart à la déformation élastique situé vers la fin de celle-ci. La courbe de déformation plastique se place exactement dans le prolongement de la courbe de déformation avant recuit. Dans le cas du cuivre, ce stade intervient à des températures inférieures ou égales à 45°C.

Le second stade qui, pour le cuivre se produit nettement dès 80°C, est caractérisé, au contraire, par un décrochement AQ (*figure 1a*) de la courbe de déformation plastique. Nous obtenons des résultats analogues pour le premier stade de restauration de l'aluminium, de l'or et de l'argent (*figure 3*). Les limites obtenues pour un allongement de 15 % et un repos sous charge nulle à la température ordinaire sont de :

$4,8 \times 10^{-3}$ cal/g pour l'aluminium à 99,9928 %

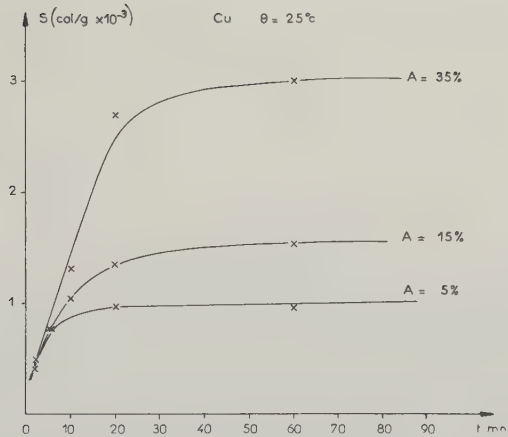
$1,15 \times 10^{-3}$ cal/g pour l'argent à 99,99 %

$0,85 \times 10^{-3}$ cal/g pour l'or à 99,99 %

III - RESTAURATION DU ZINC

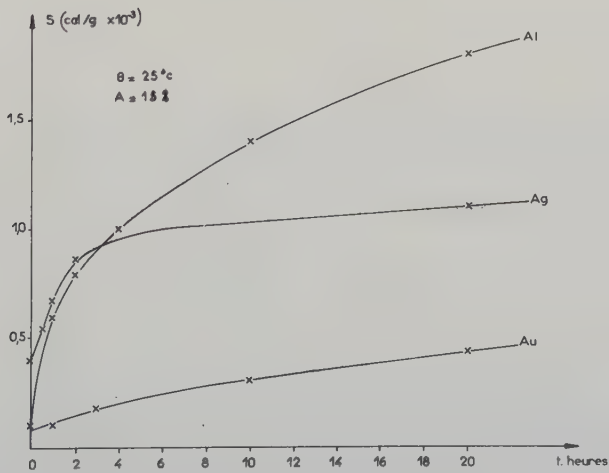
Nous avons vu que le zinc, comme d'ailleurs le cadmium, ne se comporte pas tout à fait de la même façon que les autres métaux au cours de l'essai de traction interrompue à cause du phénomène de recouvrance. Nous avons séparé

FIGURE 2



Courbes de variations de l'aire d'irréversibilité S en fonction de la durée de repos sous charge nulle à la température de 25°C dans le cas du cuivre après des allongements de 5, 15 et 35 %.

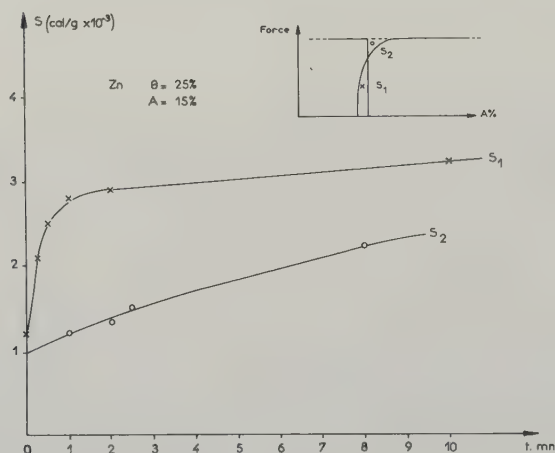
FIGURE 3



Variations de S en fonction du temps à la température de 25°C dans le cas de l'aluminium, de l'or et de l'argent après un allongement de 15 %.

l'effet dû à la recouvrance et l'effet dû à la restauration en mesurant les aires marquées S_1 et S_2 sur la figure 4. Nous avons porté les variations de ces aires en fonction de la durée de repos sous charge nulle à la température ordinaire après une déformation de 15 %.

FIGURE 4



Variations de S en fonction du temps à la température de 25°C dans le cas du zinc après un allongement de 15 %.

L'aire S_1 se stabilise après un temps très court, de l'ordre de 2 mn., alors que l'aire S_2 varie comme l'aire $\underline{S}$ dans le cas des autres métaux et atteint une limite de 5×10^{-3} cal/g. La restauration du zinc est donc, malgré le phénomène de recouvrance, analogue à celle des autres métaux. Dès qu'on

augmente la température, le zinc se restaure plus rapidement et plus complètement et commence à recristalliser. A l'opposé, il ne s'étire plus et devient très fragile à -80°C . Il ne nous était pas possible de l'étudier à ces températures. Quelques expériences effectuées sur des fils de cadmium nous ont montré que ce métal se comporte de la même façon que le zinc.

IV - RESTAURATION DU FER

C. Trivi (14) qui désirait étudier la restauration et la recristallisation du fer, était obligé de conserver ses fils dans un mélange carboglace-acétone à la température de -80°C . Il évitait ainsi le vieillissement. Il a cependant constaté qu'au-delà de 10 jours ce traitement perd peu à peu de son efficacité. Ces propriétés ont quelque peu limité notre étude dans le cas du fer. Nous avons porté sur *la figure 5* les variations de l'aire d'irréversibilité $\underline{S}$ en fonction de la durée de repos sous charge nulle à la température de -80°C pour des allongements de 5, 15 et 35 %. L'essai de traction lui-même est effectué à la température de 25°C aussitôt que l'équilibre thermique est atteint c'est-à-dire, en pratique, au moment où le fil est fixé dans les mordaches. Les courbes obtenues ont la même allure que celles des autres métaux (*figures 2, 3 et 4*). Mais au bout d'un certain temps, le phénomène de vieillissement apparaît. Il se traduit de la façon suivante : dans le cas d'un allongement de 35 % et d'un repos de 13 heures (*figure 6*) la courbe représentative passe par un maximum égal à $9,2 \times 10^{-3} \text{ cal/g}$ puis décroît lentement.

A 25°C , ce phénomène est encore plus accentué : après une durée de repos de 2 heures à cette température, l'expérience n'a même plus de sens car la courbe de recharge vient se placer au-dessus de la courbe avant décharge ce qui est dû au phénomène de vieillissement.

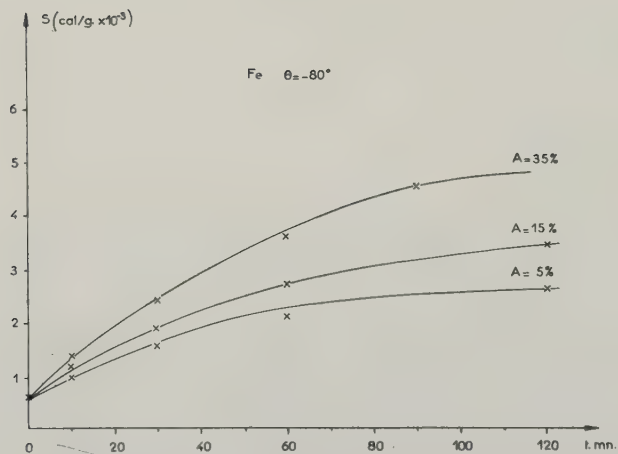
V - ANALYSE DES PHENOMENES OBSERVES - INTERPRETATION

1 - Point de vue cinétique

Nous avons essayé de voir si l'aire mesurée $\underline{S}$ est une fonction simple du temps. Nous avons trouvé que toutes les courbes obtenues peuvent s'interpréter, dans un certain domaine de temps, par une loi du type

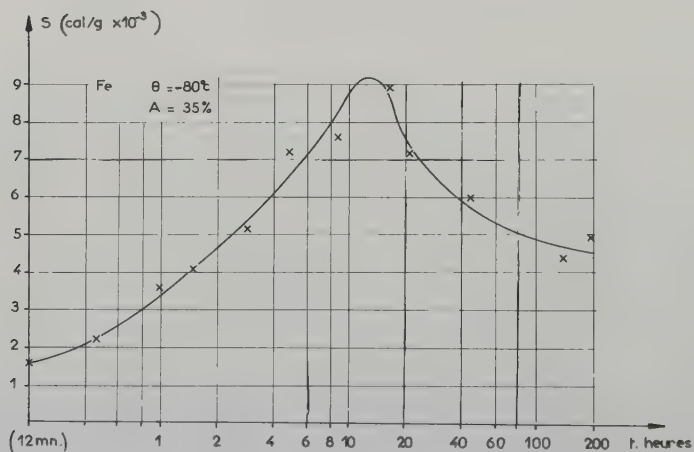
$$S = Kt^n$$

FIGURE 5



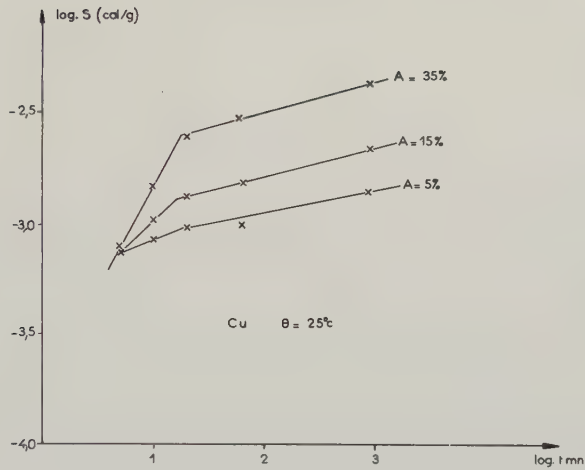
Variations de S en fonction du temps à la température de -80°C dans le cas du fer après des allongements de 5, 15 et 35 %.

FIGURE 6



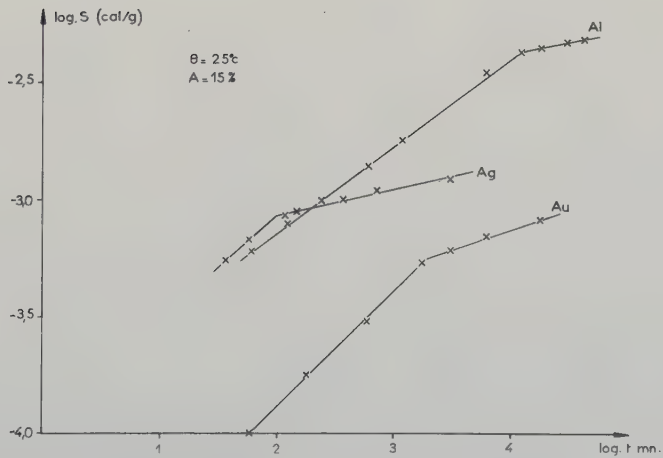
Variations de S en fonction du temps à la température de -80°C dans le cas du fer après un allongement de 35 %.

FIGURE 7



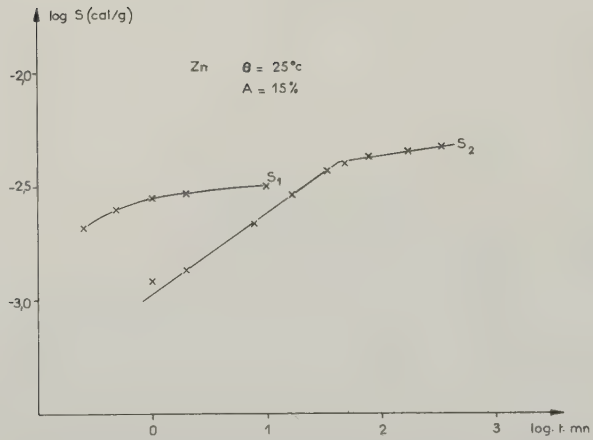
Transformées logarithmiques des courbes de la figure 2.

FIGURE 8



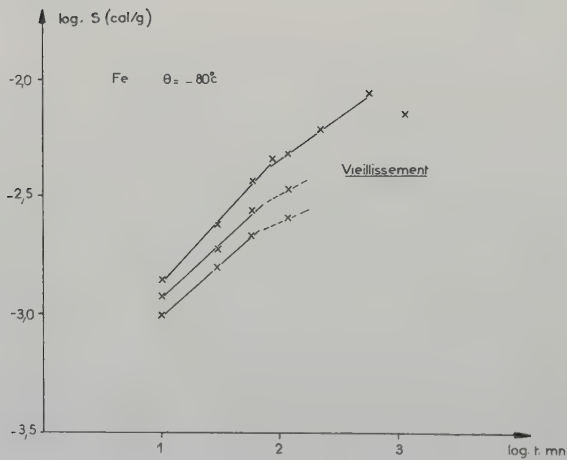
Transformées logarithmiques des courbes de la figure 3.

FIGURE 9



Transformées logarithmiques des courbes de la figure 4.

FIGURE 10



Transformées logarithmiques des courbes de la figure 5.

S, t, n, K représentant respectivement l'aire mesurée, le temps, un exposant et une constante. En effet, en portant le logarithme de S en fonction du logarithme du temps (*figures 7, 8, 9, 10*) nous obtenons des droites dont les pentes mesurent n.

Pour les temps élevés, la courbe ne suit plus cette première loi : les points semblent cependant s'aligner sur une deuxième portion de droite de pente plus faible. Il y aurait donc une discontinuité de n au cours de l'évolution. Pour le fer et le cuivre, cette discontinuité intervient approximativement au même moment quel que soit l'allongement préalable.

Le tableau suivant résume les résultats obtenus.

Métal	Température (°C)	Allongement (%)	n initial	n final
Fer	- 80	5	0,42	
		15	0,45	
		35	0,54	
Cuivre	25	5	0,20	0,10
		15	0,48	0,13
		35	0,92	0,14
Argent	25	15	0,45	0,12
Aluminium	25	15	0,37	0,10
Or	25	15	0,50	0,17
Zinc	25	15	0,35	0,08

2 - Energie de restauration

Il est tentant de rapprocher l'aire que nous avons mesurée de l'énergie de restauration. En fait, ce que nous mesurons c'est la diminution de l'énergie mécanique dépensée par la machine entre un état initial où il n'y a pas eu de restauration du tout et un état postérieur. Une partie de

l'énergie mécanique est emmagasinée par l'échantillon cependant que l'autre est transformée en chaleur. Nous ne pouvons pas nous prononcer sur le coefficient de partage qui dépend à la fois du taux de déformation et de l'état de restauration. Si nous comparons nos résultats avec ceux d'autres auteurs (16) qui ont mesuré l'énergie totale de restauration par microcalorimétrie, nous constatons que nos valeurs sont plus faibles que celles que donnent ces auteurs. Nous pensons qu'en réalité le terme restauration englobe un certain nombre de mécanismes élémentaires. D'autre part, l'écrouissage est un phénomène complexe.

3 - Résistivité

Par résistivité électrique, ces mêmes auteurs mettent en évidence plusieurs stades de la restauration notés habituellement de I à V (Annexe I) dans les métaux cubiques à faces centrées ou encore de I à VI (Annexe II) dans les métaux cubiques centrés. Les premiers stades correspondraient à l'élimination de défauts ponctuels tels que les interstitiels ou les lacunes alors que les derniers correspondent à un réarrangement des dislocations qui précède immédiatement la recristallisation.

4 - Microscopie électronique

Mme F. Bourellier et J. Le Héricy (17) ont étudié par microscopie électronique les structures de laminage de cuivres de différentes puretés. Ils ne pouvaient pas affirmer avec certitude qu'il n'y a aucune évolution des structures pendant la période de préparation des échantillons (3 heures). Pour les temps plus longs, ils n'ont observé aucune évolution appréciable des arrangements de dislocations tant que l'écrouissage reste faible. Par contre, pour un taux de 80 %, ils ont observé un perfectionnement notable des blocs et un affinement de leurs parois.

5 - Conclusion

Par l'essai de traction interrompue, nous pensons avoir bien mis en évidence les premières étapes de la restauration qui se traduisent lors de

l'interruption et de la reprise de l'essai, par une irréversibilité croissante entre la courbe de décharge et la courbe de recharge. Cette méthode expérimentale a l'avantage d'être très sensible aux premiers instants qui suivent la décharge complète ce qui n'est pas le cas pour les méthodes qui nécessitent parfois de longues manipulations de préparation des échantillons. Par contre, cette méthode ne nous renseigne pas directement sur la nature du changement de structure du métal. On peut penser évidemment à des interactions entre défauts de différentes natures. C'est ainsi que T.V. Cherian, P. Pietrokowsky et J.E. Dorn (18) donnent une interprétation de ce que nous avons appelé le premier et le second stade de la restauration et qu'ils nomment eux-mêmes "Meta-recovery" et "Orthorecovery". Ils expliquent en particulier la réversibilité apparente du premier stade ou "Metarecovery" par la faculté des défauts d'écrouissage qui se sont évanouis partiellement au cours des périodes de décharge et de repos, d'être régénérés pendant la recharge de manière à ce que l'état d'écrouissage atteint au cours de la première charge soit très sensiblement retrouvé quand les deux courbes effort-déformation se rejoignent (*figure 1*).

CHAPITRE II

POLYGONISATION ET RECRISTALLISATION DU FER

(Diamètre initial des grains $\overline{D}_0 = 110\mu$)

I - CONDITIONS EXPERIMENTALES

1 - Préparation des échantillons

Le fer électrolytique que nous utilisons se trouve sous la forme de baguettes de section carrée de 6 à 7 mm de côté. Nous les laminons jusqu'à une section de 5 x 5 mm². Les échantillons de compression sont usinés sous la forme de cylindres de 6 mm de hauteur et 4 mm de diamètre. Les échantillons de traction sont obtenus après laminage jusqu'à une section de 2 x 2 mm² puis tréfilage jusqu'à un diamètre de 1 mm. Les uns et les autres sont recuits sous vide pendant 8 heures à 850°C. Dans le cas des fils, nous procédons à un recuit supplémentaire de 15 mm. à 850°C entre les filières de 1,2 et 1,1 mm de diamètre. Ces traitements donnent un grain sensiblement homogène dont le diamètre moyen $\overline{D}_0$ est de 110 μ . La section d'un fil présente donc environ 10 grains sur un de ses diamètres. Celle d'un échantillon cylindrique de compression en contient 40 environ.

2 - Examen micrographique

En vue de l'examen micrographique, nous usons l'échantillon au papier abrasif suivant un plan transversal dans le cas des éprouvettes de

compression et selon un plan diamétral dans le cas des fils.

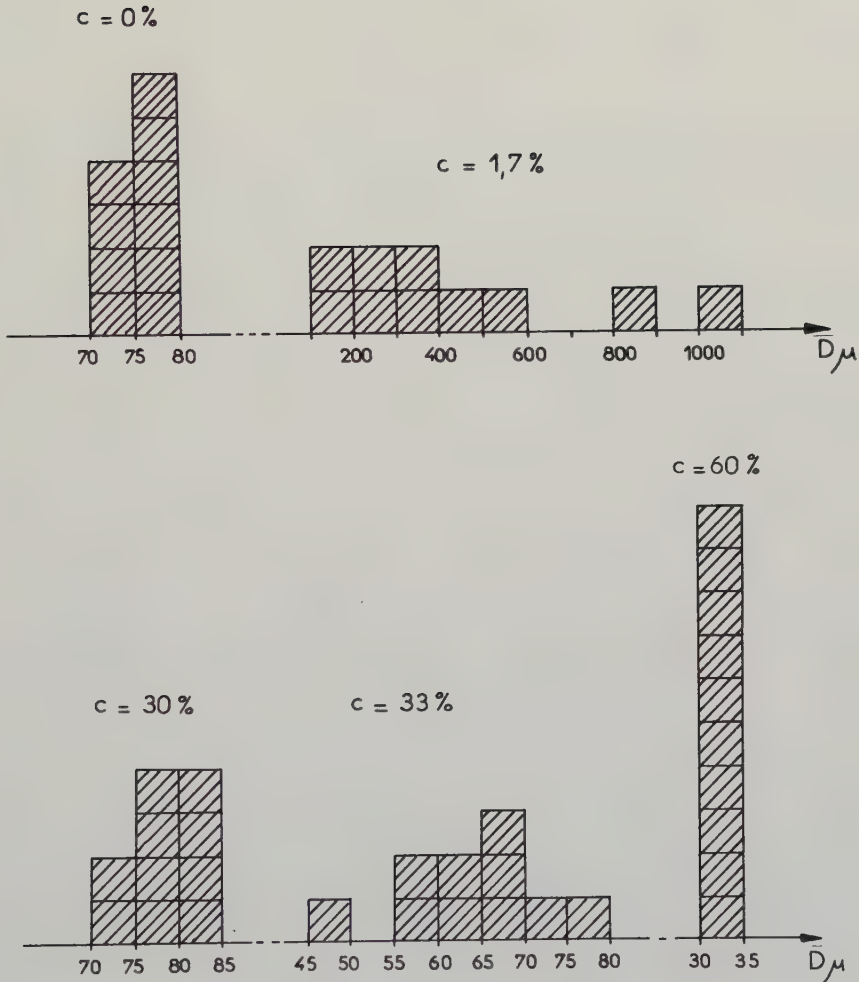
Les sections ainsi préparées sont polies électrolytiquement. Au début, nous avons employé un bain acétoperchlorique de proportions 85-15. Par la suite, sur le conseil de B. Jungmann (19), nous avons employé un bain 95-5 avec une tension de 18 V ou encore un bain d'éther monobutylique de l'éthylène glycol et d'acide perchlorique de proportions 95-5 avec une tension de 16 à 20 V. Comme réactif d'attaque, nous avons employé le plus souvent le nital et, exceptionnellement, le picral.

3 - Numération des grains

La méthode que nous avons employée consiste à compter le nombre de grains N par mm^2 contenus dans une surface connue et d'en déduire un diamètre moyen $\bar{D}$ par la relation $\bar{D} \sqrt{N} = 1$.

Dans chaque numération nous avons choisi un grossissement tel que le nombre de grains observés était d'environ 50. Nous effectuons 10 comptages sur 10 plages différentes situées au coeur de l'échantillon qui est l'endroit le plus représentatif. La valeur moyenne trouvée porte donc sur 500 grains. A l'écrouissage critique (cas des très gros grains), la mesure est évidemment effectuée sur un nombre beaucoup plus restreint de grains. La figure 11 qui se rapporte à la courbe de la figure 53 illustre la précision de ce genre de mesures. Nous y avons représenté la répartition des mesures relatives à l'échantillon initial ($c \% = 0$) et à 4 échantillons de zinc déformés respectivement de 1,7 (premier écrouissage critique), 30, 33 (deuxième écrouissage critique) et 60 %, puis recuits 5 mn. à 300°C. Nous constatons que les mesures sont bien groupées pour les valeurs 0, 30 et 60 % ; par contre, elles sont plus dispersées pour les valeurs 33 et 1,7 % qui correspondent aux écrouissages critiques pour lesquels le diamètre du grain varie rapidement en fonction de la déformation, ce qui explique la dispersion. Inversement, on peut utiliser cette propriété pour se rendre compte de l'hétérogénéité de la déformation dans un échantillon de compression. On observe en effet, qu'une zone conique apparaît aux deux

FIGURE 11



Numération des grains.

Comptage du nombre de grains N/mm^2 dans une surface contenant environ 50 grains. Détermination du diamètre moyen des grains $\bar{D}$ par la relation $\bar{D}\sqrt{N} = 1$. Répartition statistique de 10 comptages pour certains échantillons.

extrémités de chaque coupe diamétrale. Cette zone est peu déformée ou, dans tous les cas, moins déformée que la zone centrale assez homogène, sur laquelle ont porté nos mesures. La couche externe est plus déformée que cette zone centrale. Afin de réduire les frottements entre les extrémités de l'échantillon et les surfaces d'appui de la machine de compression et, du même coup, l'hétérogénéité de la déformation, nous avons mis une goutte d'huile entre l'échantillon et les plaques d'appui.

II - RELATION ENTRE LE TAUX DE COMPRESSION PREALABLE ET LA TAILLE DU GRAIN APRES

UN RECUIT DE 30 MINUTES A 700°C (20) (21).

Nous avons représenté sur *la figure 12* les variations, en fonction du taux de compression c , du nombre N de grains/mm² ou du diamètre moyen $\bar{D}$ des grains, exprimé en μ , pour des échantillons écrouis par compression sur la semi-micromachine universelle de Chévenard avec une vitesse de 3 mm/mn et un ressort force de 2500 kg, puis recuits pendant 30 mn. à 700°C. Nous voyons que les courbes N ou $\bar{D} = f(c)$ se divisent en trois domaines distincts notés A, B, C sur la figure. Dans le domaine A ($c < 10\%$) le grain conserve sensiblement la valeur initiale de 110 μ . Au premier écrouissage critique de 10 %, $\bar{D}$ passe brutalement de 110 à 315 μ , puis décroît dans le domaine B ($10\% < c < 50\%$) d'abord très rapidement puis plus lentement tout en restant légèrement supérieur au diamètre initial de 110 μ . A partir de 50 % (domaine C), $\bar{D}$ décroît de nouveau rapidement jusqu'à 60 % puis très lentement au-delà de cette limite pour atteindre, au taux de compression de 70 %, une valeur de 48 μ nettement inférieure au diamètre initial.

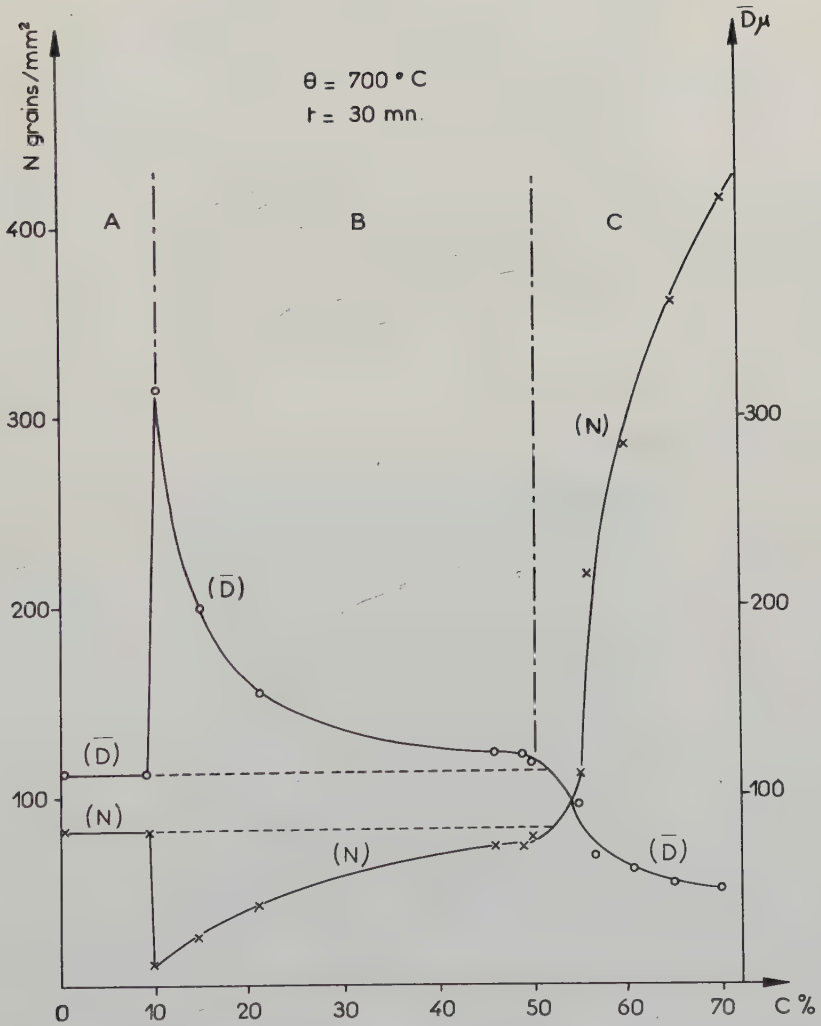
La courbe de variation de N est évidemment complémentaire de celle de $\bar{D}$.

III - INTERPRETATION MICROGRAPHIQUE DE L'EVOLUTION DU GRAIN AU COURS DU RECUIT

1 - Polygonisation

Les deux micrographies de *la figure 13* correspondent à l'état de la structure après déformation de 8 % et recuit. Les taux de compression appartenant au domaine A conduisent après recuit à la polygonisation. Par micrographie optique

FIGURE 12



Variations, en fonction du taux de compression c , du nombre N de grains par mm^2 et du diamètre $\bar{D}$ des grains en μ , au cours d'un recuit de 30 minutes à 700°C .

cette structure est à peine visible après un recuit de 30 mn. à 700°C. Par contre, elle est très nette après un recuit de 15 heures à 850°C que ce soit en compression ou en traction. La structure cellulaire est d'autant plus apparente qu'on se rapproche plus de l'écrouissage critique. Les cellules sont plus ou moins bien développées et révélées suivant l'orientation des grains. La taille des cellules varie également d'un échantillon à l'autre. Dans un même échantillon elle peut varier d'un grain à l'autre.

La micrographie optique n'est sensible à ces sous-structures qu'à condition que leur développement soit très poussé. Par contre, la microscopie électronique permet de saisir les premiers stades de l'évolution de la sous-structure d'écrouissage et de la formation des cellules de polygonisation (*figure 46*).

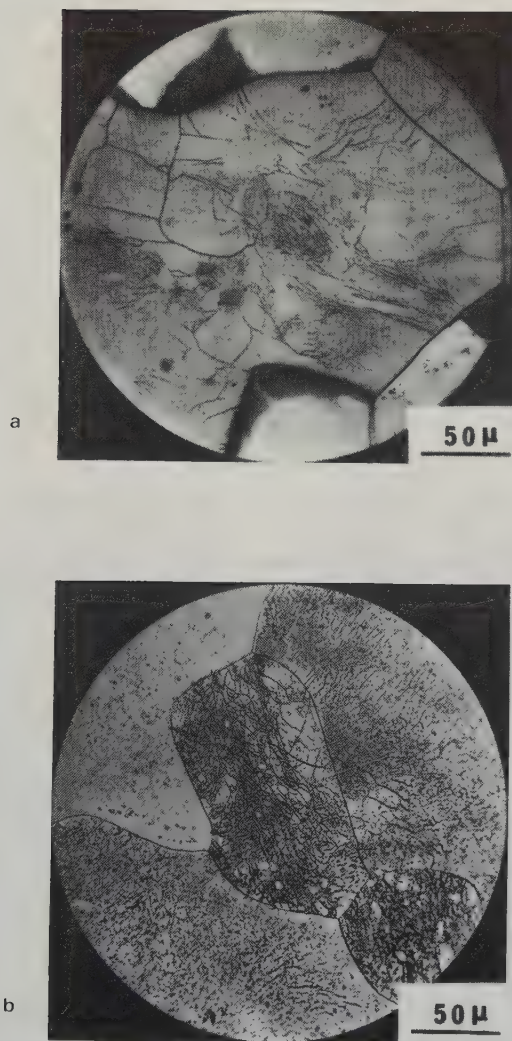
2 - Migration des joints

a- Description des phénomènes

Pour des taux de compression appartenant au domaine B ($10 \% < c < 50 \%$), nous observons une recristallisation par migration de joints. Les clichés de la *figure 14* la mettent très clairement en évidence. Ils montrent la même plage de l'échantillon qui a subi une compression de 20 % puis des recuits successifs à 700°C.

Les clichés 14a et 14b correspondent tous les deux à un recuit de 2 minutes 30. Le premier a été obtenu après deux légères attaques au nital effectuées l'une avant recuit, l'autre après. On observe à la fois les positions des joints de grains avant et après recuit de recristallisation. Le second est obtenu après un léger polissage suivi d'attaque au nital. Il révèle uniquement les positions des joints après recuit. Le fait que l'aspect d'ensemble des clichés 14a et 14b soit le même, prouve que le nouveau polissage et la nouvelle attaque au nital n'ont pas modifié de façon appréciable le niveau de la plage observée. On

FIGURE 13



Exemples de polygonisation très nette.

Déformation de 8 %, recuit de 15 heures à 850°C, attaque au picral :

a) éprouvette de compression

b) éprouvette de traction .

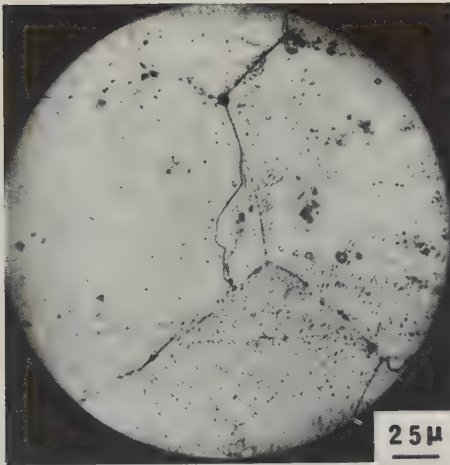
voit d'autre part que le nouveau joint est plus sinueux que l'ancien. Un recuit supplémentaire de 2 minutes 30 à 700°C, suivi d'une nouvelle attaque au nital, révèle une troisième position du joint (*figure 14c*). Enfin, la première position du joint peut être remise de nouveau en évidence par une attaque supplémentaire au picral (*figure 14d*). C'est ainsi que nous pouvons observer sur cette figure trois positions successives du même joint de grain. Si nous avons pu repérer et identifier les joints qui migrent c'est parce que nous avons observé la même surface après des maintiens de recuit très brefs au cours desquels l'évolution de l'aspect micrographique était assez faible pour que nous puissions relier facilement les observations successives.

Nous disposons en définitive de deux méthodes pour mettre en évidence la migration du joint. La première comporte, dans l'ordre, les opérations suivantes : polissage, attaque au nital, recuit, nouvelle attaque au nital. La deuxième comprend un recuit, un polissage, une attaque au nital puis une attaque au picral. Dans la première méthode nous n'effectuons aucune usure par polissage après le recuit de recristallisation. On pourrait observer une simple migration superficielle. La seconde révèle la structure en profondeur puisque l'on pratique, après le recuit, une abrasion qui permet d'atteindre n'importe quel niveau. Le phénomène que nous observons est donc bien représentatif de l'évolution de l'échantillon complet. D'ailleurs ce phénomène de migration des joints a été déjà mis en évidence par d'autres auteurs et par d'autres méthodes. Dans le cas du fer, P. Morgand (22) l'a observé par la méthode d'oxydation épitaxiale. J.E. Bailey et P.B. Hirsch (23) qui ont travaillé par microscopie électronique sur des lames minces de cuivre, nickel et d'argent l'ont également signalé. A Hamelin et C. Goux (24) l'ont mis en évidence dans des bicristaux d'aluminium.

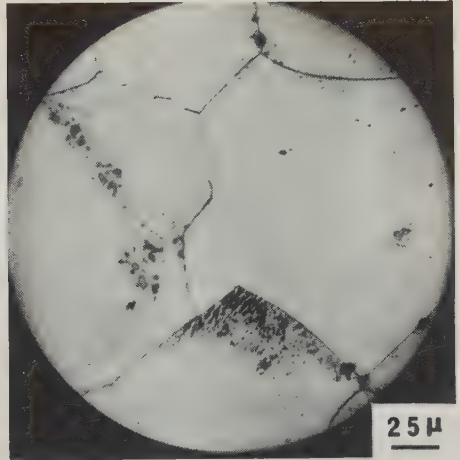
b) Essai d'interprétation des phénomènes de mémoire des anciens joints de grains.

Nous pensons que le souvenir de la position des anciens joints peut être retenu grâce à deux phénomènes différents :

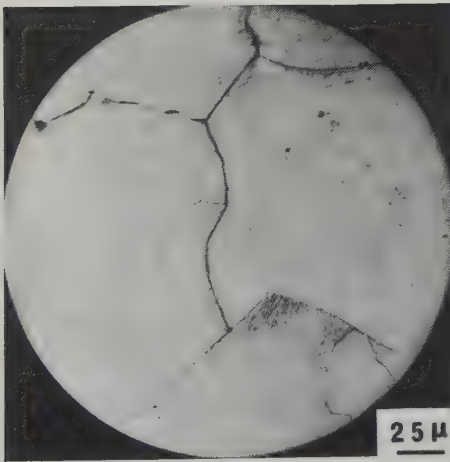
FIGURE 14



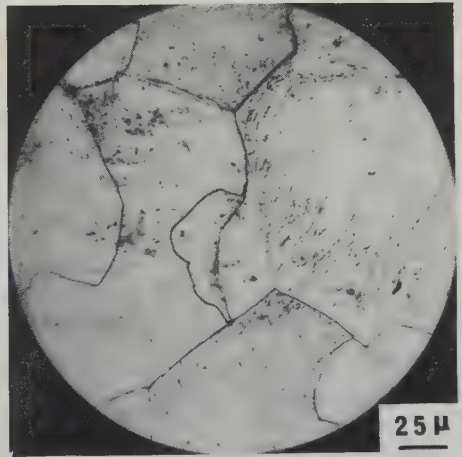
a



b



c



d

Recristallisation par migration des joints.

- a) Déformation de 20 % ; l'attaque au nital avant et après un recuit de 2 minutes 30 à 700°C, met en évidence l'ancienne et la nouvelle position des joints.
- b) Même plage que (a) après un léger repolissage et une nouvelle attaque au nital. Seule subsiste la nouvelle position des joints.
- c) Même plage que (b) après un nouveau recuit de 2 mm.30 à 700°C et une nouvelle attaque au nital.
- d) Même plage que (c), attaque supplémentaire au picral. Mise en évidence de 3 positions successives d'un même joint de grain.

- la migration d'un joint n'entraînerait pas la totalité des impuretés ou des imperfections qui lui sont attachées.
- la position de l'ancien joint sépare, comme le montre *la figure 50* (chapitre IV) une zone encore écrouie d'une zone déjà recristallisée.

Ces deux types d'hétérogénéité peuvent provoquer des attaques électrochimiques localisées.

Le fait que le picral révèle la position d'un ancien joint alors que le nital ne parvient pas à le faire, ne nous surprend pas puisque le premier de ces réactifs est plus sensible aux sous-structures. Notons cependant que, malgré une attaque prolongée, le picral ne marque qu'assez faiblement la position de l'ancien joint (*figure 14d*).

Nous pensons que la mise en évidence des positions d'anciens joints doit être reliée aux phénomènes que G. Chaudron, P. Lacombe et N. Yannakis (25) avaient observés dès 1948 dans la région des joints de grains d'échantillons polycristallins et dénommés "corrosion inversée". Ils expliquent cette inversion par une purification locale du métal qui résulte de la concentration des impuretés dans le joint de grain lui-même. Cette hypothèse permet d'expliquer l'attaque de l'ancien joint que nous observons. Cependant, dans certains cas, il peut se produire un phénomène de passivation (26) analogue à celui que A. Hamelin et C. Goux ont observé dans leurs bicristaux d'aluminium (24).

c) Influence, sur la migration des joints, des orientations relatives des cristaux adjacents.

Nos observations portant sur le cas relativement compliqué d'agrégats polycristallins, semblent recouper celles qu'Hamelin et Goux (24) ont faites dans le cas plus simple de bicristaux d'aluminium.

Ces auteurs ont étudié en particulier des bicristaux symétriques par rapport au joint et des bicristaux non symétriques qu'ils appellent "complexes".

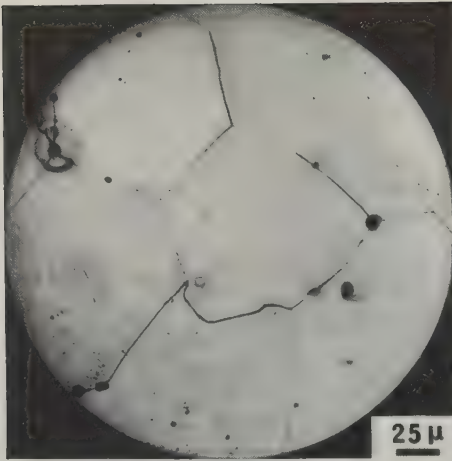
Dans le premier cas, la recristallisation par migration des joints peut affecter trois aspects différents :

- la recristallisation de l'un des cristaux et, après un recuit prolongé, la polygonisation de l'autre : ils aboutissent ainsi à un pseudo monocristal formé d'une région polygonisée et d'une région apparemment sans sous-structure.
- la recristallisation des deux cristaux par un phénomène de "migration inverse" qui conduit finalement à un seul cristal.
- la recristallisation par "migration réciproque" à la suite de laquelle les deux cristaux échangent finalement leurs orientations.

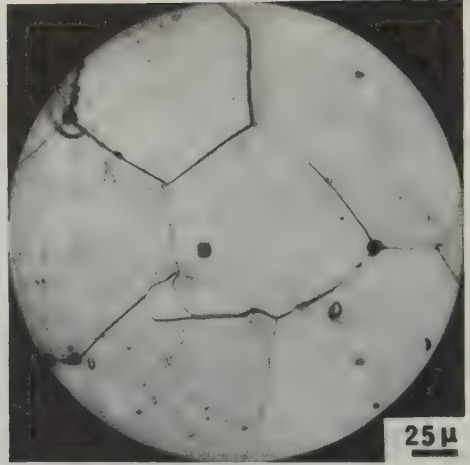
Dans le deuxième cas, l'un des cristaux se trouve, en valeur relative, plus fortement écroui que l'autre et le joint se déplace toujours à l'intérieur du cristal le plus écroui. La migration réciproque et la migration inverse n'apparaissent jamais dans ce cas de cristaux non symétriques.

Nous observons des phénomènes un peu analogues dans le cas d'échantillons polycristallins. C'est ainsi que sur *la figure 14* la migration du joint situé sensiblement au centre du champ se fait uniquement dans le cristal adjacent sans que d'autres cristaux ne soient touchés. Ce cas peut être rapproché de celui des bicristaux où l'on n'observe la migration que dans un seul des cristaux. On a l'impression que le joint mobile se déplace en s'appuyant sur un joint plus stable qui constituerait pour lui une véritable barrière. Sur *la figure 15*, au contraire, la migration s'amorce dans un cristal puis continue dans un cristal voisin. Nous pensons que les orientations relatives des cristaux permettent ou empêchent la migration du joint. Dans le cas de *la figure 16*, la migration débute

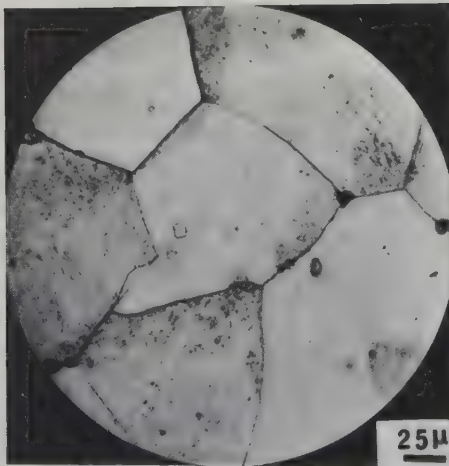
FIGURE 15



a



b

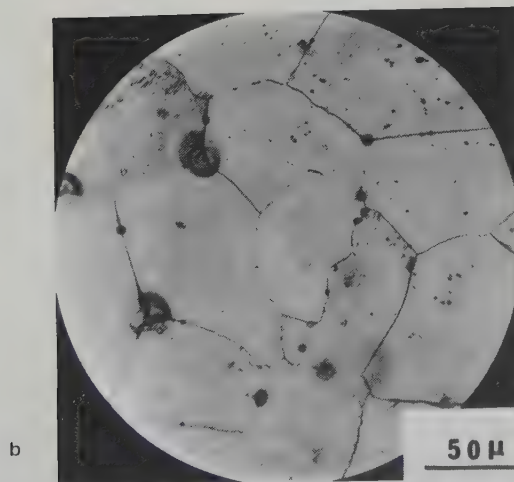
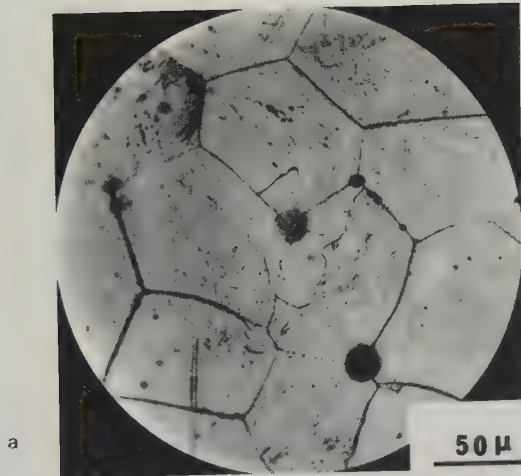


c

Recristallisation par migration des joints.

- a) Déformation de 20 %, recuit de 2 mm.30 à 700°C, attaque au nital.
- b) Même plage que (a) après un nouveau recuit de 2 mm. à 700°C et une nouvelle attaque au nital.
- c) Même plage que (b) après un léger repolissage et une nouvelle attaque au nital.

FIGURE 16



Recrystallisation par migration des joints.

- a) Déformation de 20 %, attaque au nital avant et après un recuit de 2 minutes 30 à 700°C.
- b) Même plage que (a) après un léger repolissage et une nouvelle attaque au nital.

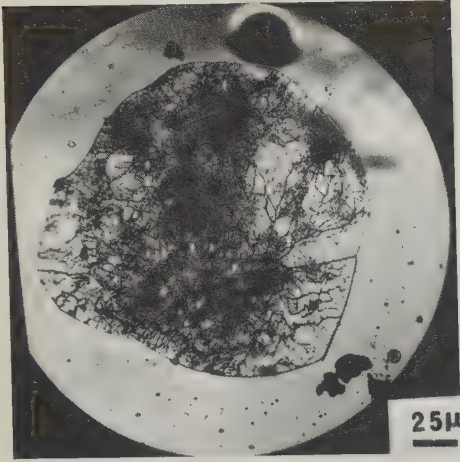
dans un premier cristal, puis, après avoir traversé un deuxième et un troisième cristal, le joint mobile retourne dans le premier cristal. La matrice recristallisée se trouve alors au contact d'une matrice écrouie de même orientation. Ce cas s'apparente nettement à la "migration inverse" d'Hamelin et Goux.

d) Cristaux insulaires de migration des joints

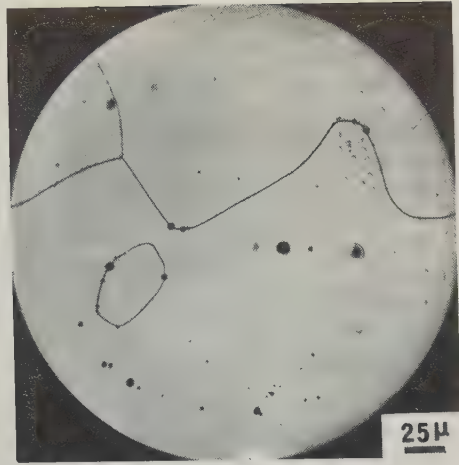
Comme nous venons de le montrer, certains joints se déplacent successivement dans plusieurs cristaux adjacents et les différentes positions intermédiaires qu'ils ont occupées forment un polygone qui présente l'aspect d'un cristal qui serait issu d'un germe de recristallisation. Nous avons pu suivre pas à pas une évolution de ce genre (*figure 16*) et montrer ainsi que le nouveau cristal formé résulte effectivement d'un processus de migration de joints.

De même l'avancée en dents de scie (*figure 16*) qui est due à des différences de vitesse de migration des joints dans des cristaux d'orientations différentes peut engendrer des pointes qui, coupées par le plan de préparation micrographique, présentent l'aspect de cristaux insulaires qu'il ne faut pas prendre pour des cristaux de germination.

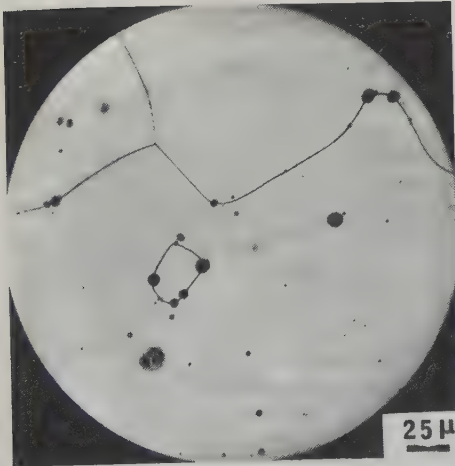
Parfois la différence de vitesse de migration se traduit, dans les stades plus avancés du recuit par un véritable étranglement qui donne finalement naissance à un cristal insulaire non issu d'un germe (*figure 17*). Pour distinguer un cristal insulaire engendré de cette manière d'un autre cristal insulaire formé par germination, nous avons été obligé de suivre chaque fois pas à pas toute l'évolution de la structure locale par les techniques que nous avons mentionnées plus haut ; dans le premier cas, nous observons un étranglement suivi d'un processus de récession allant jusqu'à la disparition complète du cristal (*figure 17d*) ; dans le second, on observe au contraire, une expansion qui aboutit finalement à la formation d'un nouveau cristal (*figures 18, 35 et 47*). Les phénomènes que nous venons de décrire apparaissent clairement dans le milieu du domaine B de migration des joints (*figure 12*), c'est-à-dire pour des taux de compression compris entre 20 et 25 %. Pour de plus faibles taux, très voisins de la limite du domaine A de



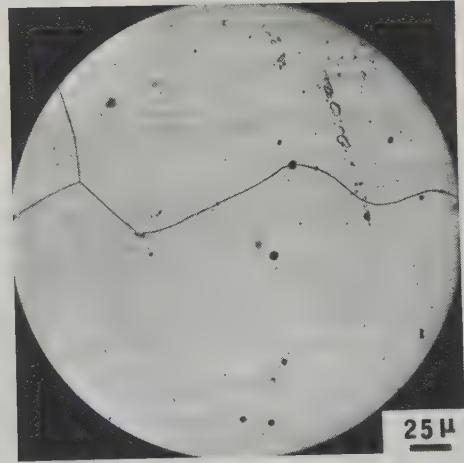
a



b



c



d

Cristaux insulaires de migration des joints.

a) Etat final d'un cristal insulaire polygonisé. Déformation de 10 %, recuit de 15 heures à 850°C.

b, c, d) Formation et disparition d'un cristal insulaire non polygonisé après déformation de 20 %.

b) recuit de 4 minutes à 700°C, polissage, attaque au nital

c) après un nouveau recuit de 2 mn.30 à 700°C, un léger repolissage et une attaque au nital

d) après un léger repolissage et une attaque au nital

polygonisation, ces grains insulaires peuvent ne pas se résorber. Certains résistent au processus de récession par migration des joints et présentent, après un recuit prolongé, une structure polygonisée (*figure 17a*).

3 - Germination et croissance

A partir d'un taux de compression de 50 %, situé dans la zone intermédiaire entre B et C, débute la véritable recristallisation par un mécanisme de germination et croissance qui devient prééminent dans le domaine C. Ce processus de recristallisation a pour effet principal d'affiner le grain comme nous l'avons déjà dit plus haut à propos de la courbe de *la figure 12*.

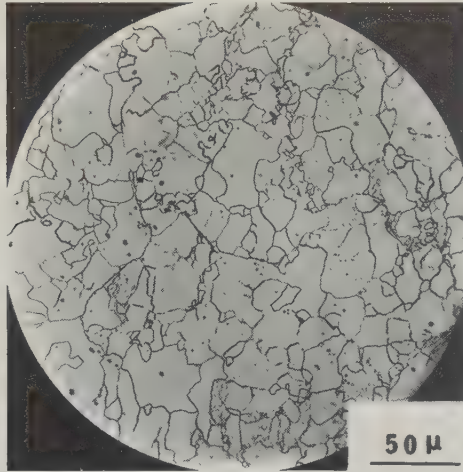
La micrographie de la figure 18 montre l'aspect obtenu après un recuit de 2 minutes à 700°C sur un échantillon déformé de 60 % ; les nouveaux grains ne sont pas tous arrivés encore au contact les uns des autres. Il reste des zones non recristallisées où l'on peut observer un semblant de sous-structure. Les nouveaux grains ont encore des joints très irréguliers à ce stade d'évolution.

Le domaine C est mal séparé du domaine B. On passe progressivement du mécanisme de migration des joints au mécanisme de germination et croissance. Pour un taux de compression de 50 à 55 %, les deux processus se superposent. C'est ainsi qu'après une déformation de 55 % suivie d'un recuit de 2 minutes à 700°C, nous observons à la fois (*figure 19*) des joints déplacés et des cristaux provenant de germes inter ou intra-cristallins.

4 - Discussion

Finalement, si l'on se place du point de vue du remaniement global du grain du métal, on aboutit à une situation très différente selon que l'on opère dans le domaine A de polygonisation, dans le domaine B de recristallisation par migration des anciens joints de grains ou dans le domaine C de recristallisation par germination et croissance. Dans le domaine B, la recristallisation

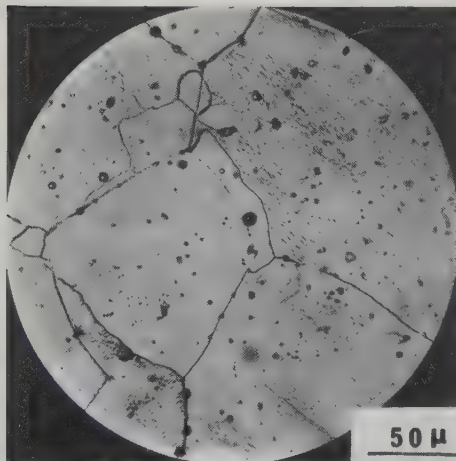
FIGURE 18



Recrystallisation par germination.

Déformation de 60 %, recuit de 2 mn. à 700°C, polissage puis attaque au nital.

FIGURE 19



Simultanéité des processus de recrystallisation par migration des joints et par germination.

Déformation de 55 %, attaque au nital avant et après un recuit de 2 minutes à 700°C.

proprement dite est terminée lorsque tout le volume de l'échantillon a été balayé par des joints. Le diamètre des nouveaux grains dépend du nombre total de joints qui ont migré et de leur vitesse de déplacement.

Avant l'écrouissage critique de migration des joints, l'ancien grain n'évolue pratiquement pas et l'on observe, au fur et à mesure de la poursuite du recuit, une sous-structure de polygonisation de plus en plus nette.

Le passage du domaine A au domaine B se fait brusquement (sur 1 à 2 % de déformation), à tel point que ce n'est qu'à l'écrouissage critique de 10 % que nous observons des structures hybrides à la fois polygonisées sous la forme de cristaux insulaires et recristallisées. A cet écrouissage critique, le nombre de sites de migration est faible ce qui conduit finalement à un diamètre de grain élevé. La vitesse de déplacement des joints est si élevée que ce processus l'emporte sur la restauration et la polygonisation. Cela explique le passage brutal d'un mécanisme à l'autre. Au-delà de la limite de 10 %, le nombre de sites de migration croît au fur et à mesure que la déformation augmente et l'on obtient finalement un diamètre des grains plus faible mais toujours supérieur au diamètre moyen $\overline{D}_0$ des grains de l'échantillon de départ. Nous expliquons cela par le fait que la migration des anciens joints de grains ne crée pas de nouveaux cristaux.

Dans le domaine C, la recristallisation est terminée quand les nouveaux cristaux arrivent au contact les uns des autres. Le diamètre moyen des nouveaux grains dépend du nombre effectif de germes créés. A la température de 700°C comme nous venons de le voir, le diamètre du grain final est nettement plus faible que celui du grain initial ce qui prouve que le nombre de germes par grain est supérieur à l'unité. Dans la zone intermédiaire, entre 50 et 55 %, le nombre de germes par grain est inférieur à l'unité mais leur vitesse de développement doit être du même ordre de grandeur que la vitesse de migration des joints sinon la courbe de la *figure 12* devrait croître et passer par un maximum autour du taux de déformation de 50 % au lieu de décroître directement comme le montre l'expérience. Ce n'est que petit à petit, quand le nombre de germes augmente avec le taux de déformation, que le processus de germination et croissance prend le dessus et devient

prédominant. L'écrouissage critique de germination est donc beaucoup moins net que l'écrouissage critique de migration des joints.

Toutes les observations décrites jusqu'à présent correspondent à des durées de recuit relativement faibles qui nous ont permis d'analyser de près les phénomènes. Dans une deuxième étape, les grains recristallisés par migration des joints ainsi que les grains formés par germination et croissance, croissent suivant un processus que nous étudierons au paragraphe VI de ce chapitre.

IV - SENSIBILITE DE LA LIMITE ELASTIQUE AUX PHENOMENES DE RESTAURATION ET DE POLYGONISATION

Les essais de traction ou de compression interrompue (27) (28) sont particulièrement bien adaptés à l'étude de l'avancement de la restauration et de la polygonisation (domaine A) et au début de recristallisation (domaines B et C). Ils apparaissent comme des méthodes complémentaires de la méthode micrographique. Dans le domaine A, nous avons préféré l'essai de traction à l'essai de compression à cause de sa plus grande sensibilité. Nous avons fixé à 8 % l'allongement permanent définissant l'état d'écrouissage avant recuit ce qui est une valeur aussi proche que possible de l'écrouissage critique de migration des joints sans qu'il y ait risque d'atteindre un début de recristallisation.

C'est dans ces conditions que nous avons étudié, à différentes températures, les variations du paramètre $x = \frac{F - L}{F - L_0}$, mesurant l'avancement de l'évolution du métal, en fonction de la durée de recuit. Les différentes courbes obtenues sont rassemblées sur la figure 20. Elles ont toutes la même allure. La restauration démarre, dès le début du recuit, avec une vitesse initiale élevée, puis ralentit rapidement (29). Nous n'observons jamais de période d'incubation. Les courbes atteignent un maximum d'autant plus élevé que la température est elle-même plus élevée. Ce maximum est de l'ordre de 0,5 à 600°C et de 0,9 à 890°C. La limite élastique retrouve donc une valeur voisine de celle qui caractérise l'état initial de l'échantillon.

Sur la figure 21 nous avons représenté, en coordonnées semi-logarithmiques $x = f(\text{Log} t)$, les variations du degré d'avancement de la restauration x en fonction du logarithme du temps. Dès l'instant que l'état d'équilibre thermique est atteint, c'est-à-dire au bout de 2 minutes environ, les points expérimentaux se placent très approximativement sur une droite tant que la durée de recuit est inférieure à 20 minutes. Pour les temps plus élevés, ils se placent sur une courbe présentant une direction asymptotique parallèle à l'axe des x . Le taux de restauration s'exprime donc par la relation :

$$x = a + b \text{ Log } t$$

a et b étant des constantes. Nous avons déterminé l'énergie d'activation de restauration à partir de nos courbes expérimentales. Elle peut être définie par l'équation d'Arrhénius $\frac{dx}{dt} = A \exp. - \frac{Q}{RT}$ dans laquelle $\frac{dx}{dt}$ représente la vitesse de restauration, A une constante appelée facteur de fréquence, R la constante molaire de Boltzmann, T la température absolue, Q l'énergie d'activation. Cette équation peut s'écrire :

$$\frac{dx}{dt} = \frac{b}{t} = A \exp - \frac{Q}{RT}$$

en introduisant la fonction $x = a + b \text{ Log} t$, ou encore sous la forme linéarisée

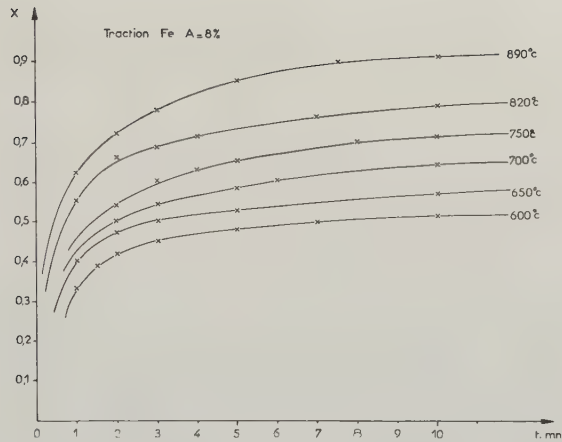
$$\text{Log} t = \text{constante} + \frac{Q}{RT}$$

La figure 22 représente les droites obtenues pour des degrés d'avancement compris entre 0,4 et 0,9. La pente de ces droites mesure, au coefficient $\frac{1}{R}$ près, l'énergie d'activation. Nous avons rassemblé les résultats obtenus dans le tableau ci-dessous.

x	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
$Q \text{ kcal/at.g}$	18	21	26	28	36	54

On voit qu'aux taux d'avancement inférieurs à 0,5 l'énergie d'activation de la restauration est de l'ordre de grandeur de l'énergie de migration

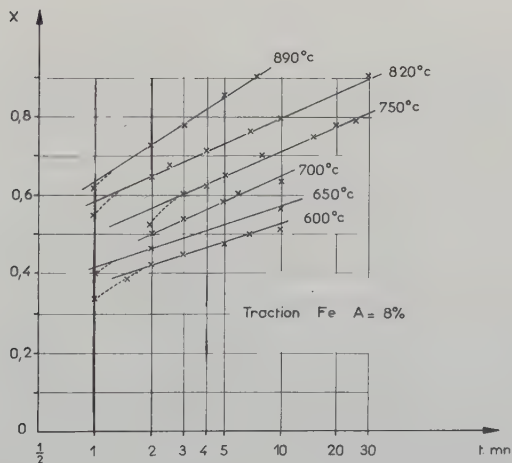
FIGURE 20



Variations du taux de restauration $x = \frac{F - L}{F - L_0}$ en fonction de la durée de recuit t à différentes températures pour un allongement de 8 %.

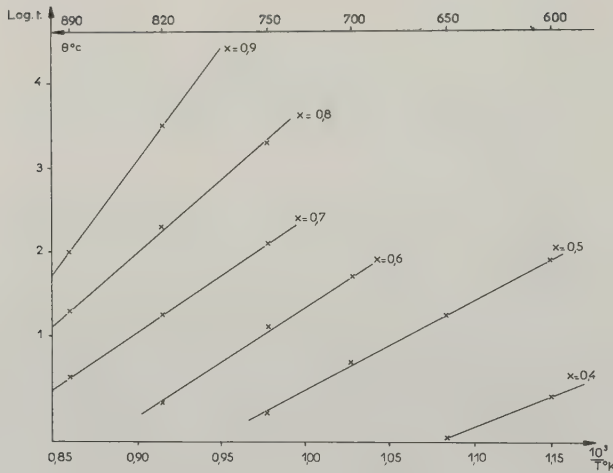
L_0 , F et L sont les valeurs de la limite élastique avant écrouissage, après écrouissage et après écrouissage et recuit.

FIGURE 21



Transformées semi-logarithmiques des courbes de la figure 20.

FIGURE 22



Détermination de l'énergie d'activation des phénomènes de restauration et de polygonisation à différents taux d'avancement x .

des lacunes (15 à 18 kcal/at.g (30) et (31)) alors qu'aux taux élevés, l'énergie d'activation tend vers l'énergie d'autodiffusion dans le fer α (57 à 67 kcal/at.g (30) et (31)). Dans le cas du fer de zone fondue, J.T. Michalak et H.W. Paxton (32) trouvent également des valeurs qui croissent de façon continue depuis le taux de restauration de 0,1 jusqu'au taux de 0,6 qu'ils ne dépassent pratiquement pas parce qu'un phénomène de recristallisation se superposait alors à la restauration. Nos observations correspondent, au contraire, à une restauration suivie de polygonisation car, même au taux de 0,9 nous n'avions aucune recristallisation grâce à la précaution que nous avons prise de nous placer en deçà de l'écrouissage critique. Cependant, aux très faibles taux, à celui de 0,1 par exemple, atteints à basse température (200°C), nous étions gêné par le vieillissement du fer de pureté électrolytique.

V - SENSIBILITE DE LA LIMITE ELASTIQUE AUX PHENOMENES DE RESTAURATION ET DE
RECRISTALLISATION. COMPARAISON AVEC L'OBSERVATION MICROGRAPHIQUE

1 - Autour de l'écrouissage critique de migration des joints

a) Températures de 750 et 700°C

Sur la *figure 23*, nous avons représenté les variations de x défini par l'essai de traction interrompue en fonction de la durée de recuit à 750°C pour des allongements de 8, 10 et 15 % situés autour du taux d'écrouissage critique qui sépare le domaine de polygonisation du domaine de recristallisation par migration des joints. La courbe 8 %, qui correspond au domaine de polygonisation, a été analysée précédemment.

Nous constatons que les deux autres courbes (10 et 15 %) qui appartiennent au domaine de recristallisation par migration des joints n'ont pas la même allure. Au départ, elles croissent très vite puis ralentissent quelque peu avant de croître de nouveau pour atteindre très rapidement un taux d'avancement voisin de 1 et même supérieur. Quand on observe au microscope un tel échantillon, ayant retrouvé une limite élastique égale à celle de l'échantillon initial, on s'aperçoit qu'il est complètement recristallisé. On constate également que le début de la recristallisation se situe sensiblement au point d'inflexion de la courbe $x = f(t)$, c'est-à-dire au début de sa deuxième croissance.

Les valeurs de x supérieures à 1 s'expliquent par le fait que L est sensible à la grosseur du grain. Ses variations en fonction du diamètre moyen $\bar{D}$ des grains sont représentées par la relation :

$$L = \text{constante} + 2,7 \pm 0,3 \bar{D}^{-\frac{1}{2}} \quad (33)$$

x rend donc bien compte de la restauration et du début de la recristallisation mais beaucoup moins bien de la fin de la recristallisation, surtout lorsqu'on obtient des grains de tailles très différentes de celle du grain initial. C'est le cas, par exemple, à l'écrouissage critique de 10 %. Au fur et à mesure qu'on

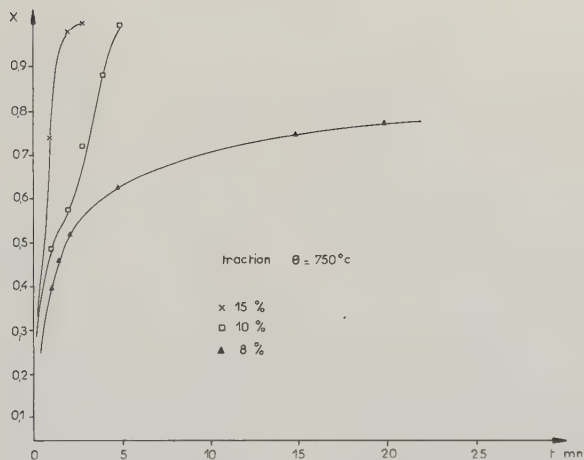
descend en température, par exemple à la température de 700°C (*figure 24*), nous obtenons des courbes analogues. Cependant les valeurs limites de x sont d'autant plus faibles que la température est plus basse. D'autre part, le point d'inflexion qui sépare les deux croissances successives de x s'accroît.

b) Températures inférieures ou égales à 650°C. Stabilité de la polygonisation.

Nous venons de voir que l'écrouissage critique est le même et égal à 10 % aux températures de 750 et 700°C. Ce n'est plus le cas quand on abaisse la température de recuit. Ainsi à 650°C (*figure 25*) apparaît seule, bien que suivie d'un ralentissement, la première croissance de x aussi bien pour l'allongement de 8 % que pour un allongement de 14 % alors que dès 15 % d'allongement, on observe deux croissances successives de x séparées par un véritable palier. L'examen au microscope montre que la recristallisation par migration des joints commence précisément au début de la deuxième croissance. La recristallisation est donc précédée d'une véritable période d'incubation. Nous avons voulu savoir si le fait que la recristallisation ne se produit pas pour les taux d'écrouissage compris entre 10 % (écrouissage critique à 700°C) et 15 % n'est pas de nature purement cinétique. Aussi avons nous prolongé la durée de maintien à 650°C jusqu'à 7 mois 1/2. Nous n'avons observé qu'une accentuation de la polygonisation au fur et à mesure que cette durée de maintien est prolongée (tableau I et *figure 26*). Nous nous sommes alors demandé si la structure polygonisée ainsi obtenue est réellement stable. Pour répondre à cette question nous avons fait suivre le recuit à 650°C d'un recuit supplémentaire à 850°C. Nous avons ainsi obtenu une recristallisation d'autant plus importante que la durée de recuit de polygonisation est plus faible et que le recuit à 850°C est plus prolongé (tableau I et *figure 26*). Il semble donc que la recristallisation qui est très lente dans ce cas, ne porte que sur des cristaux non polygonisés ou tout au moins dont la polygonisation n'est pas très avancée. Nous retrouvons donc cette compétition entre polygonisation et recristallisation que G. Chaudron et coll. * (3) (34) ont observée soit dans le cas de cristaux uniques

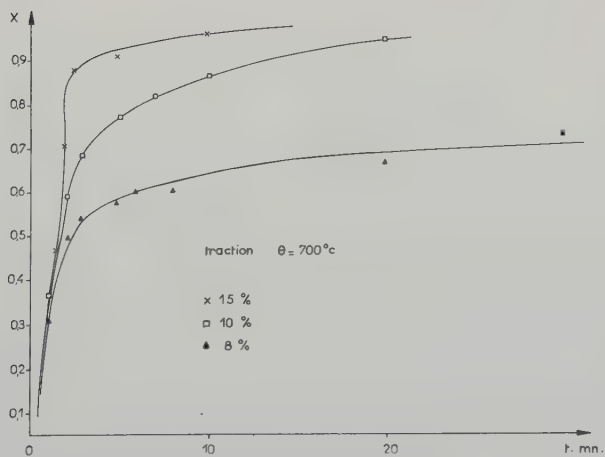
* Rappelons que ces auteurs réservent le terme de polygonisation à une sous-structure parfaitement stable.

FIGURE 23



Courbes isothermes de variations de x en fonction de la durée de recuit t à 750°C pour des allongements de 8, 10 et 15 %.

FIGURE 24

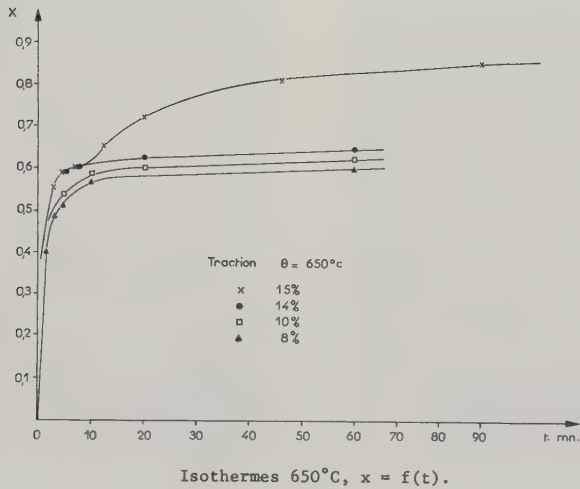


Isothermes 700°C , $x = f(t)$.

TABLEAU I

Allongement %	Recuit à 650°C			Recuit supplémentaire à 850°C		
	Durée	Valeur de x	Observation micrographique. Aspect de la sous-structure	Durée	Valeur de x	Observation micrographique
10	20 mn.	0,60	à peine perceptible			
10	7 mois $\frac{1}{2}$	0,65	très développée	30mn.	0,85	polygonisation
10	"	0,65	"	15 h.	0,9	polygonisation + recristallisation
11	"	0,65	"	30mn.	0,9	polygonisation
12	"	0,65	"	30mn.	0,9	5% de la surface est recristallisée à gros grains et 95 % polygonisée
12	"	0,65	"	3 h.	0,9	10% de la surface est recristallisée
12	"	0,65	"	24 h.	0,9	15% "
12	"	0,65	"	100 h.	0,9	20% "
13	100 j.	0,66	moyennement développée	30mn.	0,95	20% "
13,5	20 mn.	0,62	à peine perceptible	20mn.	1,1	recristallisation complète
13,5	3 h.	0,65	moyennement développée	30mn.	1,1	recristallisation ; quelques grains polygonisés
13,5	65 h.	0,66	très développée	30mn.	1,1	recristallisation ; quelques grains polygonisés
15	10 mn.	0,60	"	30mn.	1	recristallisation complète

FIGURE 25

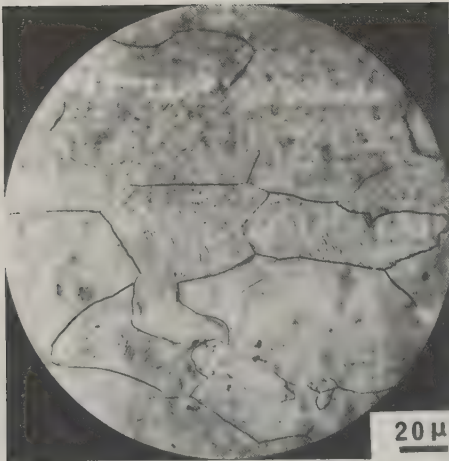


soit dans celui d'agrégats polycristallins. Nos expériences montrent en outre que l'écrouissage critique de recristallisation par migration de joints qui était de 10 % à 700 et 750°C est de 15 % à 650°C .

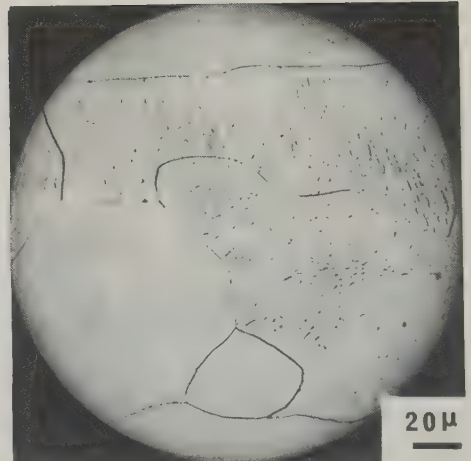
A température encore plus basse, par exemple 550°C , les phénomènes évoluent de la façon suivante :

- la sous-structure après recuit à 550°C est moins perceptible
- la tendance à la recristallisation lors du recuit supplémentaire à 350°C est accrue.

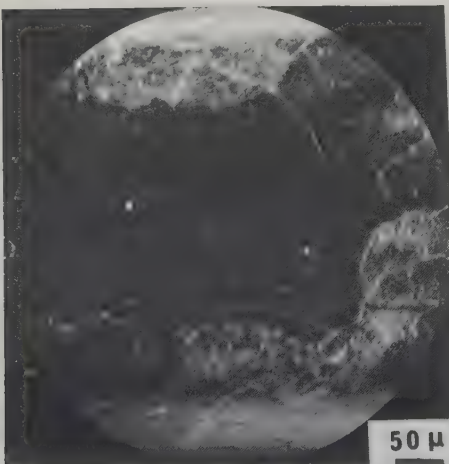
FIGURE 26



a



b



c

Simultanéité des processus de polygonisation et de recristallisation par migration des joints.

- a) Déformation de 13,5 %, recuit de 20 minutes à 650°C.
- b) Déformation de 12 %, recuit de 7 mois 1/2 à 650°C.
- c) Déformation de 12 %, recuit de 7 mois 1/2 à 650°C suivi d'un recuit de 15 heures à 850°C.

2 - Autour de l'écrouissage critique de germination

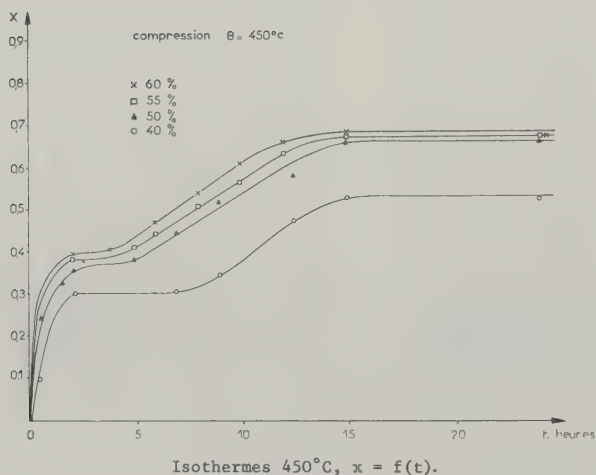
La grande sensibilité de la micromachine de traction fait que l'essai de traction interrompue convient particulièrement à l'étude du domaine de restauration et de polygonisation et à celle du passage de ce domaine à celui de la recristallisation par migration des joints. La rupture des fils interdit son emploi pour les taux élevés de déformation voisins de l'écrouissage critique de recristallisation par germination et croissance.

Les courbes des *figures 27, 28 et 29* représentent les variations de x en fonction de la durée du recuit aux températures de 450, 500 et 550°C pour des taux de compression de 40, 50, 55 et 60 %. Ces courbes permettent de distinguer la restauration qui démarre dès le début du recuit avec une vitesse initiale élevée, puis ralentit rapidement, de la recristallisation qui apparaît après une période d'incubation d'autant plus nette que la température et le degré d'écrouissage sont plus faibles. La vitesse de recristallisation, nulle à l'instant initial, croît ensuite progressivement. Comme la limite élastique est sensible à la fois à la restauration et à la recristallisation, c'est la somme des effets de ces deux phénomènes que nous observons sur nos courbes.

A 450°C, le palier d'incubation est très net : la restauration et la recristallisation sont bien séparées dans le temps. L'état initial de référence caractérisé par $x = 1$, n'est pas atteint à cette température. La recristallisation est incomplète. Ceci se traduit, sur les micrographies des *figures 30 et 31* par des structures hybrides qui comprennent des zones recristallisées et des zones non recristallisées.

L'examen micrographique nous a permis aussi de confirmer que l'un ou l'autre des processus de recristallisation s'amorce dès la fin du palier. La recristallisation par migration des joints intervient seule aux taux de compression inférieurs à 50 %, la recristallisation par germination et croissance aux taux supérieurs à 55 %. Ces limites ont donc la même valeur à 450°C qu'à 700°C. C'est ainsi qu'on peut observer (*figure 30*) sur un échantillon déformé

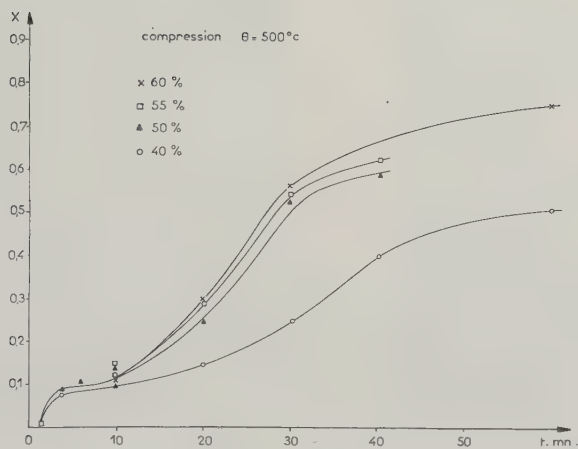
FIGURE 27



à 40 % et recuit 15 heures à 450°C une zone recristallisée par migration des joints à côté d'une zone de structure ancienne non recristallisée. Nous avons employé les techniques de polissage et d'attaque décrites plus haut. On observe de même (*figure 31'* sur un échantillon déformé à 60 %, puis recuit à 450°C pendant 6 heures, c'est-à-dire à la fin du palier d'incubation, quelques nouveaux petits cristaux engendrés par le processus de germination et croissance. Après un recuit de 24 heures à 450°C (*figure 31b*), nous observons un peu plus de zones recristallisées qu'après 6 heures de recuit. Cependant, la recristallisation n'est pas totale.

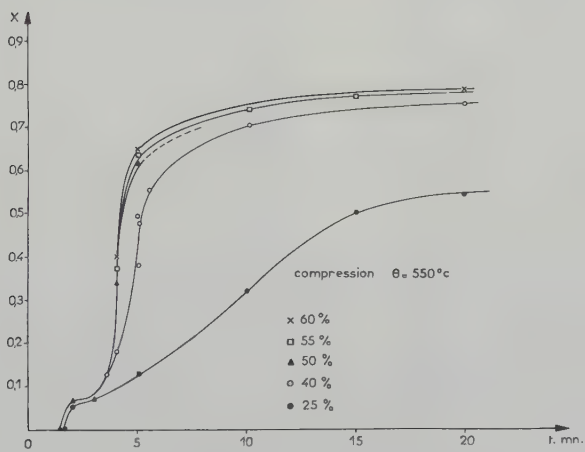
Aux températures de 500 et 550°C (*figures 28 et 29*) les deux phénomènes de restauration et de recristallisation se superposent légèrement. On

FIGURE 28



Isothermes 500°C , $x = f(t)$.

FIGURE 29



Isothermes 550°C , $x = f(t)$.

n'observe plus de véritable palier. Cependant, les deux processus de recristallisation se distinguent par la position des courbes $x = f(t)$ pour les durées de recuit élevées de la même manière qu'à 450°C (*figure 27*). Les courbes qui représentent le phénomène de recristallisation par germination et croissance à l'état pur (55 et 60 %) sont très voisines et situées nettement au-dessus de la courbe qui correspond au processus de recristallisation par migration des joints seul (40 %). Au taux intermédiaire de 50 %, la courbe se rattache plutôt aux courbes correspondant à des taux de 55 et 60 %.

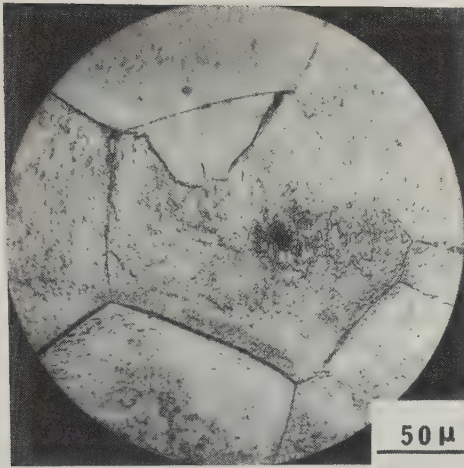
Au fur et à mesure que la température s'élève, la courbe qui correspond à un taux de compression de 40 %, c'est-à-dire au domaine de migration des joints, se rapproche des autres et la distinction entre les deux processus de recristallisation devient plus difficile. Si l'on compare l'ensemble de ces courbes, on voit que plus la température est élevée, plus la période d'incubation est courte et plus l'état final du métal se rapproche de son état initial de référence caractérisé par $x = 1$. Cependant, à ces températures relativement basses, il ne l'atteint pas.

Alors que l'écrouissage critique de migration des joints est stable à partir de la température de 700°C et variable en deçà, l'écrouissage critique de germination semble indépendant de la température. Autour de cet écrouissage critique de germination, nous avons vu (*figure 12*) que le diamètre des grains est très voisin du diamètre initial. La correction sur L , et donc sur x , due à la grosseur du grain, est donc minime dans ce cas. La distinction entre les deux mécanismes de recristallisation par la position relative des courbes $x = f(t)$ correspondantes n'est donc pas affectée, bien au contraire, si l'on tient compte de la légère correction à faire, les courbes $x = f(t)$ seraient encore plus séparées.

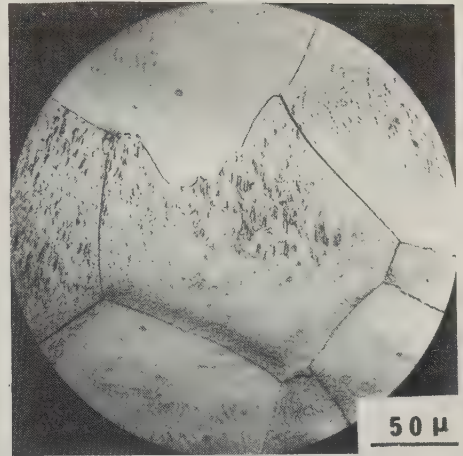
VI - EVOLUTION DES GRAINS AU COURS D'UN RECUIT PROLONGE

Un recuit prolongé d'un échantillon de fer dont l'état d'écrouissage appartient au domaine A de restauration et de polygonisation (*figures 12 et 13*) ne provoque aucun remaniement de la taille des grains mais tend à perfectionner et à stabiliser la sous-structure de polygonisation.

FIGURE 30



a



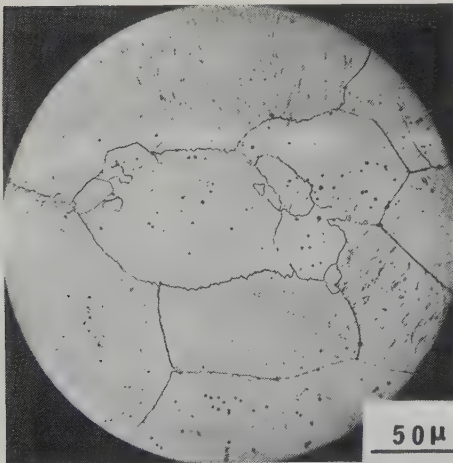
b

Recristallisation par migration des joints.

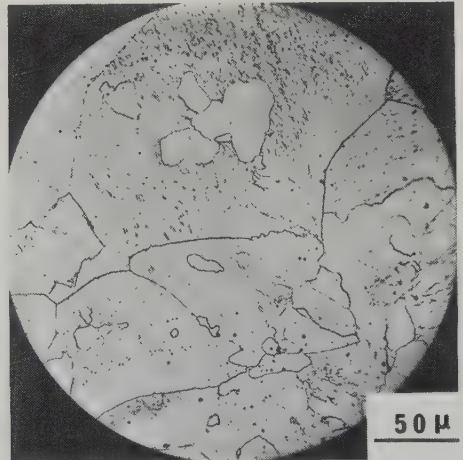
a) Déformation de 40 %, attaque au nital avant et après un recuit de 15 heures à 450°C.

b) Même plage que (a) après un léger repolissage et une nouvelle attaque au nital.

FIGURE 31



a



b

Recristallisation par germination.

a) Déformation de 60 %, recuit de 6 heures à 450°C.

b) Déformation de 60 %, recuit de 24 heures à 450°C.

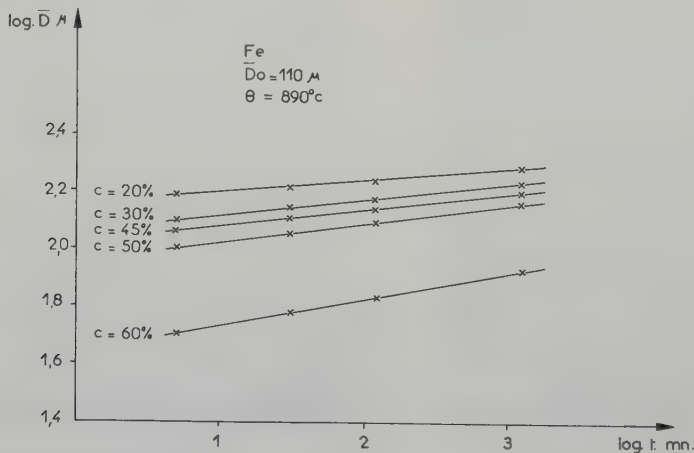
Il en va tout autrement des échantillons recuits dans les domaines B et C de recristallisation (*figure 12*). Lorsque toute la structure écrouie a disparu soit après balayage par les joints de grains (domaine B) soit par développement de germes (domaine C), les nouveaux grains obtenus entrent dans une phase de croissance que nous allons étudier maintenant. En pratique ce stade de l'évolution est atteint au bout de 5 minutes à 700°C environ.

Le problème qui se pose alors est celui de l'influence du premier processus de recristallisation sur la croissance ultérieure des grains.

1 - Etude expérimentale de la croissance des grains.

Sur la *figure 32* nous avons porté le logarithme du diamètre $\bar{D}$ des grains en fonction du logarithme du temps pour les taux de déformation préalable de 20, 30, 45 et 50 % correspondant au domaine B de recristallisation par migration de joints et pour le taux de 60 % qui appartient au domaine C de recristallisation par germination.

FIGURE 32



Croissance des grains après recristallisation.

Courbes de variations du logarithme du diamètre des grains $\bar{D}$ en fonction du logarithme de la durée de recuit t à la température de 890°C après des taux de compression de 20, 30, 45, 50 et 60 %.

On voit que tous les points correspondant au même degré d'écrouissage se placent sur une droite. La loi de croissance s'écrit donc :

$$D = Kt^n$$

Les droites définies par les taux d'écrouissage de 30 et 45 % sont très sensiblement parallèles et caractérisées par une valeur de n égale à 0,05. Au taux de 50 %, $n = 0,07$ et au taux de 60 %, $n = 0,09$.

Le passage du processus de migration des joints au processus de germination se traduit donc par une variation rapide de la valeur de n .

Au-delà d'une durée de recuit de 24 heures, nous notons un net ralentissement de la croissance des grains et l'apparition d'une croissance hétérogène (recristallisation secondaire) pour les échantillons déformés préalablement de 50 et 60 %. On observe alors, à certains endroits, des grains qui ont une taille cent fois plus grande que la moyenne (*figure 33a*). Le taux de 50 % est juste situé dans la zone intermédiaire entre les domaines B et C de recristallisation. Par contre, le taux de 60 % appartient franchement au domaine C. Pour les durées de recuit étudiées, nous n'avons pas observé de recristallisation secondaire à l'intérieur du domaine B.

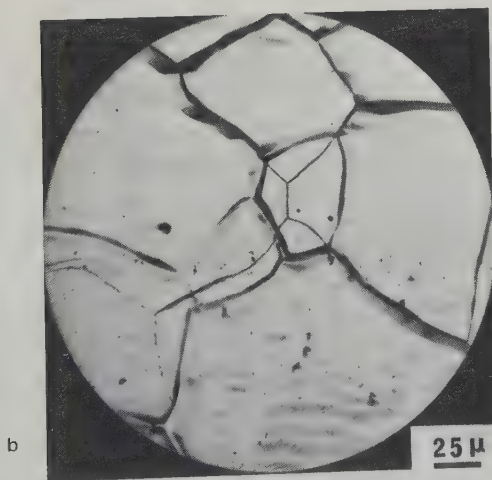
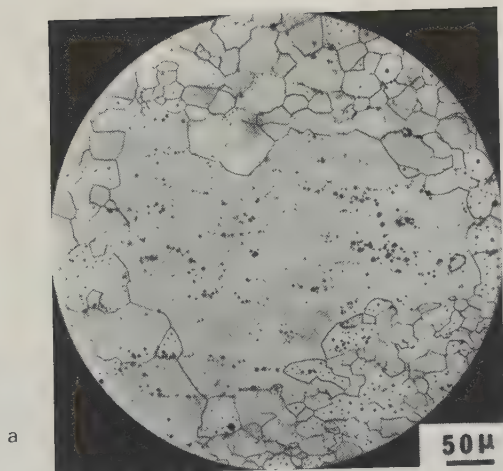
2 - Aspects morphologiques des cristaux

A la fin de la recristallisation, les joints sont souvent irréguliers. Quand on poursuit le recuit on observe d'abord une légère rectification du tracé des joints puis des grains de plus en plus équiaxes. D'après nos observations, il semble que l'on atteigne plus vite ce stade dans le domaine C que dans le domaine B. Par la suite, la taille des grains devient sensiblement uniforme. On voit tout au plus quelques grains plus petits qui sont en train de se faire absorber par les gros grains voisins. Ces petits grains apparaissent souvent, dans le plan de figure, sous forme de triangles ou de quadrilatères alors que les autres sont, la plupart du temps, des pentagones ou des hexagones. Si

l'on suit la disparition de ces grains, on se rend compte que le déplacement des joints se fait d'une façon très régulière, toujours vers le centre de courbure, comme l'ont signalé d'autres auteurs qui y voient une vérification du critère de P.A. Beck (2). La figure 33b représente un échantillon déformé de 45 %, recuit 2 heures à 890°C, poli, attaqué, puis recuit encore 18 heures à 890°C. Après ce deuxième recuit, l'échantillon présente deux structures superposées, révélées par la persistance des effets de l'attaque chimique antérieure au dernier recuit et par attaque thermique. Les anciens joints sont à la fois larges et profonds alors que les nouveaux sont très fins. L'explication des résultats de l'attaque thermique est que le profil de la surface cristalline tend à se modifier pour réaliser un état d'énergie libre minimale. C'est le mouvement des points quadruples (dans le plan des points triples) qui commande le phénomène. Ces points se déplacent, entraînant à leur suite le reste des joints. La forme est donc déterminée par l'existence de tensions superficielles qui imposent, en chaque point de jonction, certaines conditions. D'une part, l'aire des surfaces de contact entre polyèdres doit être minimale, d'autre part les tensions superficielles développées aux points de jonction doivent être en équilibre. On montre (35) (36) (37) (38) que la première condition impose que les polyèdres soient en contact trois par trois le long d'une arête, chaque arête étant commune à trois faces et à trois polyèdres. Chaque sommet est commun à quatre polyèdres donc à six faces. A cela il faut ajouter le fait que tout l'espace doit être rempli ce qui entraîne un ensemble de conditions topologiques. L'équilibre des tensions implique que les faces se rencontrent trois par trois avec un angle de 120° le long des arêtes. Les arêtes se rencontrent par groupe de quatre avec un angle de 109°29' pour former la jonction tétraédrique. Pratiquement, ces conditions ne sont jamais remplies totalement. Les deux polyèdres constituant les solutions les plus satisfaisantes sont le dodécaèdre (12 faces pentagonales, 20 coins) et le tétrakaïdécaèdre (14 faces dont 6 carrées et 8 hexagonales, 24 coins).

Dans le cas de la recristallisation secondaire, le joint se déplace également vers le centre de courbure (figure 33a). Les cristaux qu'elle forme ont toujours un nombre de côtés très supérieur à 6. On sait que ce phénomène de

FIGURE 33



Croissance des grains après recristallisation.

- a) croissance hétérogène ou recristallisation secondaire ;
déformation de 60 %, recuit de 70 heures à 850°C.
- b) croissance homogène ; déformation de 45 %, recuit de
2 heures à 890°C ; l'attaque thermique met en évi-
dence la nouvelle position des joints (traits fins).

de croissance se développe d'autant plus que la texture obtenue après recristallisation est plus prononcée, ce qui implique un taux d'écrouissage avant recuit élevé. Dans nos expériences, nous l'avons observé uniquement dans le domaine C.

VII - CONFRONTATION DE NOS RESULTATS EXPERIMENTAUX AVEC LA THEORIE

Nous rappelons en annexe III :

- les principales lois proposées pour la cinétique de la recristallisation
- la relation qui exprime la vitesse de croissance de la phase recristallisée en fonction de l'énergie libre, de l'énergie d'activation et de l'entropie d'activation
- la loi de croissance des cristaux après recristallisation.

Les lois cinétiques relient directement le volume recristallisé au temps. Nous avons étudié une propriété liée à la recristallisation : la limite élastique. Les méthodes indirectes ne distinguent pas à priori les différents stades du recuit. Notre méthode a l'avantage de bien distinguer la restauration de la recristallisation mais en revanche les courbes $x = f(t)$ obtenues ne peuvent guère être exprimées par une loi du type Avrami à cause précisément de la sensibilité de la limite élastique à la fois à la restauration et à la recristallisation. Néanmoins, nos courbes $x = f(t)$ montrent bien l'existence de la période d'incubation que prévoit la loi d'Avrami. Enfin, elles permettent de distinguer les deux mécanismes de recristallisation. En effet, la période d'incubation décroît rapidement au passage du domaine B au domaine C de recristallisation.

Le problème qui se pose est de savoir pourquoi une loi du type Avrami qui est basée sur la notion de germination, traduit bien les résultats

expérimentaux alors qu'il n'y a pas à proprement parler de germination dans le domaine B. Notons qu'on a pensé très longtemps que la recristallisation est due uniquement au phénomène de germination et croissance. Ce n'est que ces dernières années que l'on a mis clairement en évidence le mécanisme de recristallisation par migration des joints. A notre connaissance, J.E. Bailey et P.B. Hirsch (23) sont les seuls qui ont approfondi ce problème d'une manière plus théorique (Annexe III). Comme Mott et Turnbull, ils partent du formalisme de la théorie de l'état transitoire et proposent comme eux une relation donnant la vitesse de croissance du grain recristallisé. Ils pensent qu'une très faible partie du joint migre en se courbant légèrement. Ils trouvent une condition de croissance du grain recristallisé et expriment ensuite le volume recristallisé en fonction de la durée de recuit isotherme. Ils obtiennent alors des courbes qui présentent un minimum quand le grain est hémisphérique. Ils apparentent ce minimum à une période d'incubation si bien que, grâce à ce modèle, ils retombent sur une loi de recristallisation du type d'Avrami où l'exposant k peut prendre des valeurs entre 1 et 4 qui ne sont pas forcément entières.

Nous avons vu d'autre part que la vitesse de déplacement de l'interface est à la fois élevée et irrégulière pendant la recristallisation alors qu'elle est lente et très régulière pendant la phase de croissance après recristallisation. Nous pensons que, dans le premier cas, c'est l'énergie d'écrouissage, souvent distribuée d'une façon hétérogène, qui règle le phénomène alors que, dans le deuxième cas, c'est l'énergie interfaciale.

CHAPITRE III

INFLUENCE DE LA TAILLE INITIALE DU GRAIN DE L'ECHANTILLON SUR LES PHENOMENES DE RECRISTALLISATION.

I - PREPARATION DES ECHANTILLONS

Nous venons de voir comment on peut, à partir d'échantillons de diamètre des grains $\overline{D}_0$ égal à 110 μ , obtenir différentes structures (polygonisées, recristallisées à gros grains, recristallisées à grains de plus en plus fins) en jouant sur les paramètres déformation, température, durée de recuit. Notre but est à présent de préparer des échantillons avec des grains dont la grosseur est choisie d'avance ; pour cela nous avons appliqué tous les résultats présentés au chapitre précédent pour définir de façon précise nos conditions expérimentales. C'est ainsi qu'au cours de l'élaboration de nos échantillons nous avons fait plusieurs cycles déformation-recuit et nous nous sommes rendu compte que l'avant dernier et surtout le dernier cycle déformation-recuit sont de beaucoup les plus importants. Le dernier cycle est en rapport étroit avec la courbe de la *figure 12*. En jouant sur les différents paramètres déjà cités, nous sommes parvenu à préparer à volonté des échantillons de taille de grain uniforme dans le domaine 8 - 600 μ . Nous avons rassemblé ci-dessous, à titre d'exemple, quelques uns des traitements thermiques et mécaniques que nous avons appliqués.

Pour un grain de 600 μ de diamètre :

ébauche de 7,5 x 7,5 mm², laminage jusqu'à 4,3 x 4,3 mm² (soit un taux de réduction de 67 %), recuit de 5 minutes à 850°C, laminage jusqu'à 4 x 4 mm² (taux de réduction de 13 %), usinage, recuit de 4 jours à 850°C.

Pour un grain de 240 μ de diamètre :

ébauche de 7,5 x 7,5 mm², laminage jusqu'à 4,4 x 4,4 mm² (taux de réduction de 65 %), recuit de 5 minutes à 850°C, laminage jusqu'à 4 x 4 mm² (taux de réduction de 17 %), usinage, recuit de 2 heures à 850°C.

Pour un grain de 15 μ de diamètre :

ébauche de 11 x 7,5 mm², laminage jusqu'à 5 x 5 mm² (taux de réduction de 70 %), usinage, recuit de 5 minutes à 850°C.

II - INFLUENCE DU DIAMETRE DU GRAIN INITIAL $\overline{D}_0$ SUR LES DEUX TAUX D'ECROUISSAGE

CRITIQUE

1 - Evolution du grain du métal préalablement écroui par recuit de 5 minutes à 850°C

Comme précédemment (*figure 12*), nous avons représenté les variations, en fonction du taux de compression c , du diamètre moyen $\overline{D}$ des grains, exprimé en microns, pour des échantillons ayant subi un recuit de 5 minutes à 850°C et dont $\overline{D}_0$ était de 15, 180, 240, 400 et 600 microns (*figure 34*). Nous y avons également fait figurer la courbe relative à $\overline{D}_0 = 110 \mu$ dont nous avons parlé au chapitre précédent.

a) $\overline{D}_0 = 15 \mu$.

Nous voyons que le processus d'évolution de la microstructure se divise en trois parties distinctes.

Dans la première partie (taux de compression inférieur à 7 %), le grain n'a pas changé sensiblement de taille et conserve une valeur de 15μ . Entre 7 et 9 %, le diamètre moyen du grain $\overline{D}$ passe à $700 - 1000 \mu$.

Dans la deuxième partie (taux de compression compris entre 10 et 80 %), il décroît très rapidement au départ, puis très lentement ensuite tout en restant supérieur à 15μ .

Dans la troisième partie (taux de compression supérieur à 80 %), nous observons une nouvelle chute mais très faible et très progressive de $\overline{D}$ qui se stabilise ensuite à 8μ à peu près.

Cette courbe ressemble beaucoup à celle que nous avons obtenue précédemment (*figure 12*) sauf que les écrouissages critiques sont différents ; le premier est plus faible et le deuxième est plus élevé que dans le cas précédent.

b) $\overline{D}_0 = 110, 180 \text{ et } 240 \mu$

La courbe relative à 110μ a été déjà décrite en détails. Les courbes 180μ et 240μ lui ressemblent dans leur allure générale. La grosseur de grain obtenue à l'écrouissage critique de migration des joints est la même pour les trois courbes. Par contre, le domaine de polygonisation et le domaine de germination et croissance s'étendent au détriment du domaine de migration des joints quand $\overline{D}_0$ passe de 110 à 240μ .

c) $\overline{D}_0 = 400 \text{ et } 600 \mu$

Ces deux courbes se ressemblent entre elles mais ne ressemblent plus du tout aux autres. On n'observe plus que deux parties. Dans la première

le grain n'évolue pas et garde sa valeur initiale de 400 μ jusqu'à un taux de compression de 17 % dans un cas et sa valeur initiale de 600 μ jusqu'à un taux de compression de 20 % dans l'autre cas. Dans la deuxième partie, débutant à 17 % dans un cas et à 20 % dans l'autre, on observe une chute brutale d'abord puis de plus en plus lente.

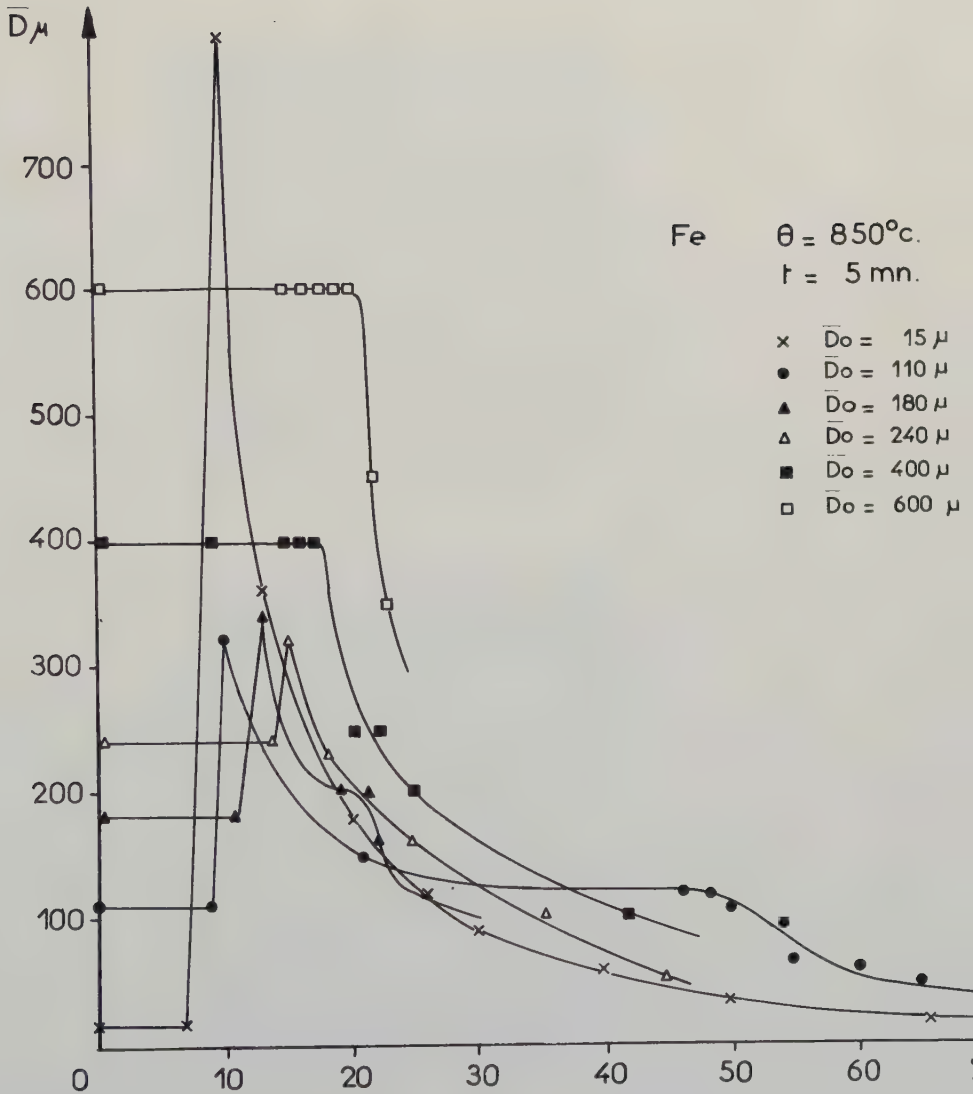
2 - Interprétation micrographique

Dans le cas des échantillons dont le diamètre initial moyen $\overline{D}_0$ est égal ou supérieur à 110 μ , le premier domaine que nous avons appelé A est un domaine de polygonisation. Il n'en est plus de même pour les échantillons dont le diamètre moyen est de 15 μ qui, dans ce domaine, présentent un phénomène de croissance exagérée du grain qui ressemble beaucoup au phénomène de recristallisation secondaire. On obtient ainsi des grains dont la taille atteint 700 à 1000 μ .

Ces grains apparaissent d'autant plus vite que le taux d'écrouissage compris entre 1 et 9 % est plus élevé. C'est ainsi que pour un taux de 8 % on les observe après un recuit de 5 minutes à 850°C et qu'après un écrouissage de 1 % seulement, ils n'apparaissent qu'après un recuit de 48 heures à la même température. Un échantillon non déformé évolue de la même manière après un recuit de plus de 48 heures. Il ne peut s'agir alors que d'une recristallisation secondaire. Pour les échantillons dont le diamètre initial $\overline{D}_0$ du grain est de 180 ou 240 μ , on observe encore les trois domaines A, B et C que nous avons définis à propos d'échantillons pour lesquels $\overline{D}_0 = 110 \mu$ (*figure 12*).

Enfin, dans le cas où le diamètre initial du grain est de 400 ou 600 μ , le domaine B du processus de recristallisation par migration des joints disparaît entièrement. On passe directement du domaine de polygonisation au domaine de recristallisation par germination. Ce passage est très progressif puisqu'il s'étend entre les degrés d'écrouissage de 17 et 23 %. On peut le rapprocher de la transition progressive B-C dans le cas des échantillons de diamètre moyen initial de 110 μ (*figure 12*) mais cette fois il s'agit d'une

FIGURE 34



Variations, en fonction du taux de compression préalable c , du diamètre $\bar{D}$ des grains, 5 minutes à 850°C pour des échantillons de tailles de grains sensiblement uniformes.

$\bar{D}_0 = 15, 110, 180, 240, 400 \text{ et } 600 \mu.$

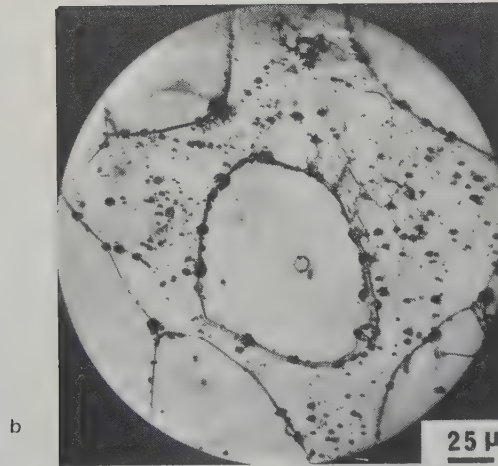
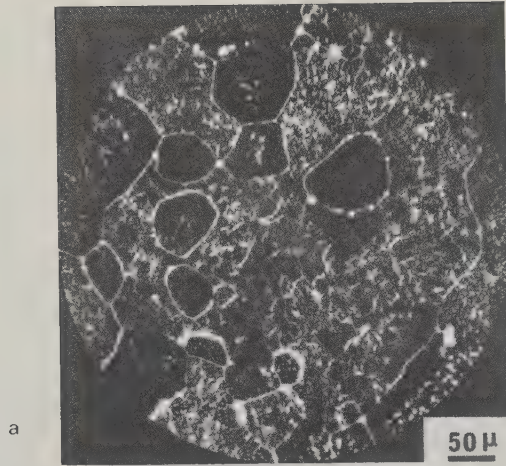
superposition de la polygonisation et de la recristallisation par germination. Cette constatation pourrait sembler en contradiction avec la forme des courbes 400 et 600 μ . En fait, aux plus faibles taux d'écrouissage de 17 à 23 %, la croissance est tellement lente que la polygonisation n'est pas interrompue par elle. Il y a une véritable compétition entre la polygonisation et la recristallisation (34) (42) (*figure 35*). Il n'y a plus de pic d'écrouissage critique. Après un palier sensiblement horizontal, on observe une décroissance rapide de la taille moyenne des grains. Dans ce domaine, on observe de véritables cristaux insulaires obtenus par germination. La comparaison des clichés 17a et 35 a et b est particulièrement significative. Dans le premier cas, l'élément insulaire résultant de la migration de joints est polygonisé (*figure 17a*) alors que la matrice qui l'entoure est recristallisée par balayage. Dans le second, le cristal insulaire parfaitement recristallisé se trouve dans une matrice polygonisée. Un examen attentif à postériori permet donc de distinguer un cas de l'autre.

L'attaque au nital permet parfois de distinguer la structure polygonisée dans laquelle se forment des piqûres de la structure recristallisée qui n'est pratiquement pas attaquée (*figure 35b*).

Il faut noter également que les cristaux insulaires issus de germes, se développent toujours à partir de leur centre de courbure (*figure 35b*).

La *figure 36* permet de résumer l'influence du diamètre initial moyen $\overline{D}_0$ des grains sur les écrouissages qui limitent les domaines caractéristiques des processus d'évolution du grain. Elle montre en particulier que le processus de migration des joints ne peut intervenir que dans des agrégats dont le grain initial a un diamètre moyen nettement inférieur à 300 μ mais qu'il se produit pour des taux d'écrouissage très élevés (80 %) dans les grains de 15 μ de diamètre. Dans le cas de grains de plus de 300 μ , on passe directement de la polygonisation à la recristallisation par germination. La transition critique polygonisation-migration des joints passe de 7 % à 16 % lorsque le diamètre initial $\overline{D}_0$ des grains passe de 15 à 300 μ . La transition polygonisation-germination

FIGURE 35



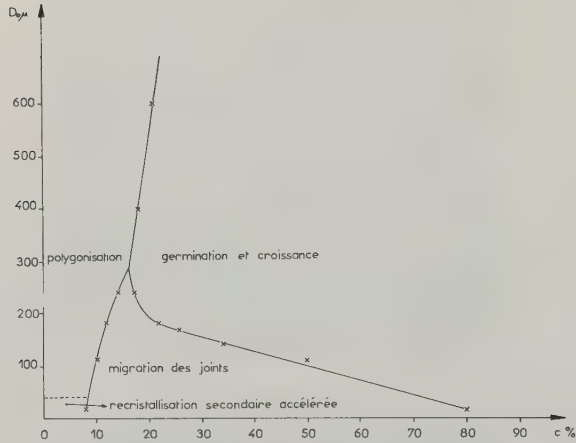
Simultanéité des processus de polygonisation et de recristallisation par germination.

$\overline{D}_0 = 600 \mu$, déformation de 21 %.

a) recuit de 1 heure à 890°C.

b) recuit de 3 heures à 890°C.

FIGURE 36



Courbes de variations des écrouissements critiques de migration et de germination en fonction du diamètre initial des grains D_0 . Limites des différents domaines d'évolution du grain.

croît de 16 % à 21 % lorsque $\overline{D_0}$ croît de 300 à 600 μ .

Ce résultat est à rapprocher d'une étude de J. Talbot (43) qui a trouvé que des échantillons de fer de zone fondue dont la grosseur du grain était de l'ordre du mm^2 ne recristallisent pas quel que soit le taux de déformation par traction. Il a observé une structure polygonisée jusqu'à la rupture des éprouvettes située à 25 % environ. Cette observation est en bon accord avec nos résultats. Notons à ce propos l'avantage de la compression sur la traction pour étudier l'ensemble des phénomènes.

Les courbes des figures 34 et 36 délimitent ainsi les différents domaines d'évolution des grains : polygonisation, recristallisation secondaire accélérée (*) par une légère déformation, recristallisation par migration des joints, recristallisation par germination et croissance. Qualitativement, on peut dire qu'il est relativement facile de remanier la microstructure lorsque le grain initial est de taille moyenne ($50 < \overline{D}_0 < 150 \mu$) mais qu'il est d'autant plus difficile de grossir le grain alors qu'il est déjà gros ou de l'affiner lorsqu'il est déjà fin.

III - ETUDE DU PASSAGE DU DOMAINE DE RECRISTALLISATION SECONDAIRE ACCELEREE AU DOMAINE DE POLYGONISATION.

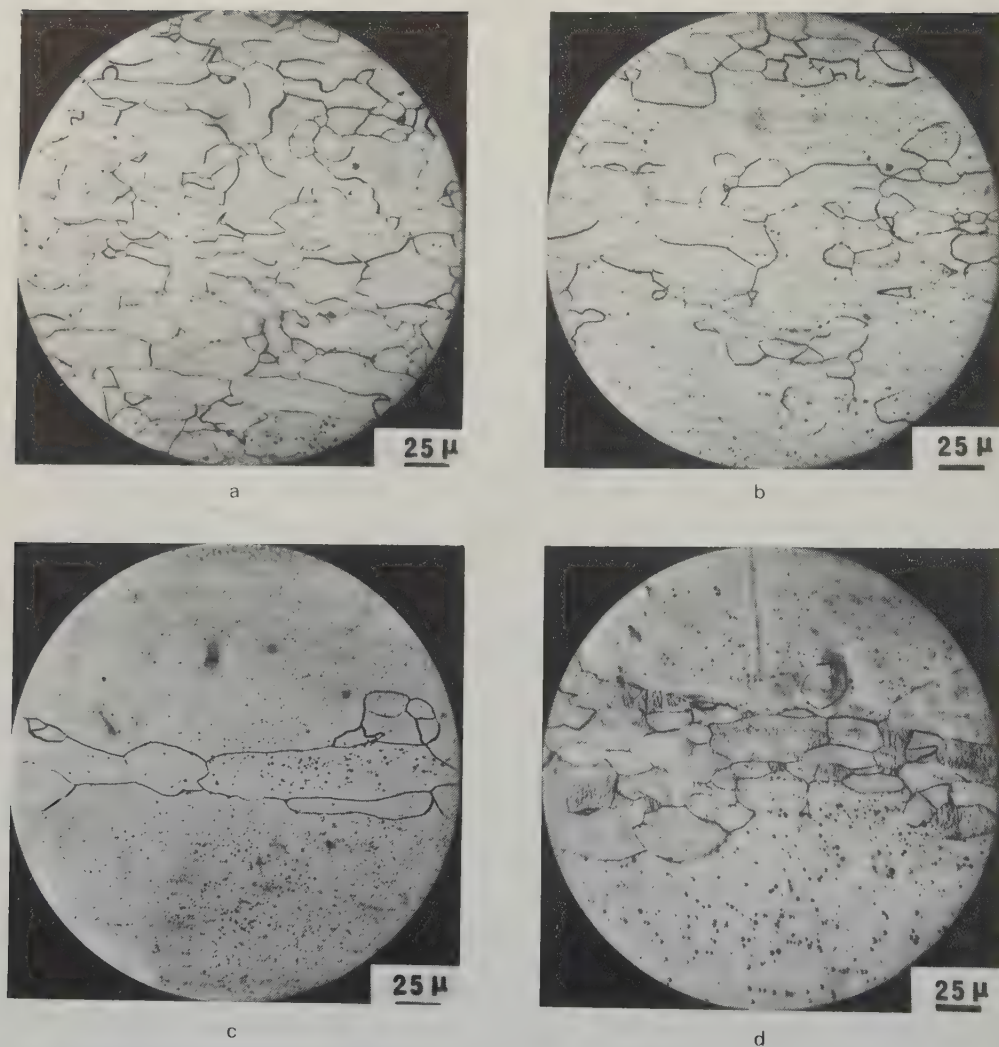
Dans les échantillons dont le diamètre moyen $\overline{D}_0 = 110 \mu$, le domaine A est un domaine de polygonisation alors que dans les échantillons à grains fins ($\overline{D}_0 = 15 \mu$) le domaine A correspond à ce que nous appelons : recristallisation secondaire accélérée. Le problème qui se pose est de savoir quand et comment se fait le passage d'un processus à l'autre. Pour cela nous préparons toute une série d'échantillons dont les grains ont une taille uniforme définie par un diamètre $\overline{D}_0$ compris entre 15 et 110 μ . Nous effectuons cette étude sur des fils parce que, pour les faibles déformations entraînant la polygonisation, l'essai de traction est beaucoup plus sensible que l'essai de compression.

$$1 - \overline{D}_0 = 15 \mu$$

Nous obtenons une telle taille de grains après laminage des ébauches de $6 \times 6 \text{ mm}^2$ jusqu'à $1,6 \times 1,6 \text{ mm}^2$, tréfilage jusqu'à un diamètre de 1 mm puis recuit de 5 minutes à 850°C . Les micrographies de la figure 37 montrent que les fils ainsi obtenus se comportent de la même façon que les échantillons de compression dont le grain a la même taille. En effet, si nous les allongeons entre 0 et 8 %, le recuit à 850°C entraîne le grossissement de quelques grains aux dépens des autres. Les grains privilégiés ressemblent aux grains de recr-

* L'explication de cette expression sera donnée au paragraphe suivant.

FIGURE 37



Recristallisation secondaire accélérée. $\overline{D}_0 = 15 \mu$.

a) Allongement de 6 %.

b) Allongement de 6 %, recuit de 30 minutes à 850°C.

c) Allongement de 6 %, recuit de 2 heures à 850°C.

d) Allongement de 8 %, recuit de 710 heures à 550°C ; simultanéité des processus de recristallisation secondaire accélérée et de polygonisation.

tallisation secondaire : ce sont, dans le plan, des polygones de plus de 6 côtés, courbés vers l'extérieur, dont la croissance se fait préférentiellement dans la direction d'étirage. Au fur et à mesure que le recuit se poursuit (*figure 37b et c*) il ne reste plus que des chapelets de petits grains qui disparaissent progressivement pour laisser la place à une structure homogène à gros grains de 1 à 3 mm allongés dans le sens du fil. C'est une structure du type "bambou".

A la température plus basse de 550°C, la recristallisation est incomplète. Les grains non recristallisés sont polygonisés (*figure 37d*).

Certains auteurs parlent de recristallisation secondaire accélérée par une légère déformation. C'est la position du taux de déformation par rapport à l'écrouissage critique qui définirait les conditions de cette évolution. Il est vrai que pour la plupart des métaux polycristallins, l'écrouissage critique est très faible, de l'ordre de 1 à 2 %. Il devient alors difficile de définir quantitativement ces conditions. C'est grâce à la valeur élevée de son taux d'écrouissage critique de migration que le fer se prête bien à cette étude.

$$2 - 15 < \overline{D}_0 < 110 \mu$$

Comme précédemment, nous partons d'ébauches de $6 \times 6 \text{ mm}^2$ que nous laminons jusqu'à $1,6 \times 1,6 \text{ mm}^2$ avant de les recuire 5 minutes à 850°C. La suite des opérations de préparation et d'étude ainsi que les résultats obtenus, sont indiqués dans le tableau II ci-après. Plus le taux global de réduction par tréfilage est important (*colonne 2*), plus le diamètre $\overline{D}_0$ du grain obtenu après recuit de 5 minutes à 850°C est faible (*colonne 4*), mais plus l'aptitude ultérieure à la recristallisation secondaire est importante. Ceci découle directement des résultats du chapitre précédent et en particulier de la *figure 12*.

Une série de fils sont recuits à 850°C pour étudier leur comportement vis-à-vis de la recristallisation secondaire sans déformation préalable (*colonne 5*). Une autre série de fils sont déformés entre 0 et 8 % puis recuits à 850°C pour étudier leur comportement à l'égard de la polygonisation et de la recristallisation secondaire accélérée (*colonne 6*). Nous nous sommes limité à des

durées de recuit de 35 heures environ.

Les résultats du tableau II montrent le passage de la croissance homogène du grain à la recristallisation secondaire dans la première série de fils (*colonne 5*) et le passage de la polygonisation à la recristallisation secondaire accélérée dans la deuxième série de fils (*colonne 6*). Ce dernier passage est plus progressif que le premier. Pour les échantillons dont $\overline{D}_0 = 45$ et 60μ , nous observons en effet une structure hybride où les deux mécanismes sont en compétition. Si l'on compare les deux séries de fils, on s'aperçoit que non seulement la recristallisation secondaire est accélérée par une légère déformation mais que la taille de grain limite pour laquelle elle apparaît est relevée.

Sur la *figure 36* nous avons tracé la limite inférieure du processus de polygonisation à $\overline{D}_0 = 40 \mu$. Ce n'est pas la valeur absolue de $\overline{D}_0$ qui, en réalité, impose cette limite. Ce sont les conditions de préparation du fil et, en particulier, son taux de réduction à partir de l'ébauche qui la fixent. Cependant, ces conditions sont elles-mêmes définies par la taille du grain final que l'on veut atteindre. P. Lacombe et ses collaborateurs (44) (45) (46) avaient déjà montré que la polygonisation précède la naissance de nouveaux grains et n'entrave en aucune manière leur développement dans le cas du recuit, après faible déformation d'une tôle de fer Armco ayant subi, au cours de son laminage, une réduction de 80 %. Dans le cas de l'uranium α , ils ont observé également la superposition d'un phénomène de croissance par recristallisation secondaire au processus de croissance par recuit après un faible écrouissage.

Le processus de recristallisation secondaire accélérée et le processus de recristallisation par migration des joints conduisent à des aspects micrographiques très différents. Le premier assure une croissance régulière des grains qui conservent des joints présentant une forme incurvée parfaitement caractéristique. Le second crée des indentations parce qu'il est limité à une faible portion du joint. Le passage de l'un à l'autre correspond à un écrouissage critique encore plus net que la transition polygonisation-migration des joints. Cela tient surtout à ce que les vitesses de ces deux phénomènes sont très différentes :

Tableau II

Préparation des fils				Résultats des expériences	
Tréfilage à l'aide de filières échelonnées de 0,05 en 0,05 mm	Taux global de réduction par tréfilage	Recuit final d'élaboration à 850°C	$\overline{D}_0$ obt.	Observation de la structure après recuit à 850°C	Observation de la structure après allongement de 8% et recuit à 850°C
1	2	3	4	5	6
de 1,6 à 1,40 mm	23 %	5 mn.	110 μ	croissance homogène du grain	polygonisation
de 1,6 à 1,35 mm	29 %	5 mn.	85 μ	croissance homogène du grain	polygonisation
de 1,6 à 1,30 mm	34 %	5 mn.	70 μ	croissance homogène du grain	polygonisation
de 1,6 à 1,25 mm	39 %	5 mn.	60 μ	croissance homogène du grain	----- polygonisation + recristallisation secondaire accélérée
de 1,6 à 1,20 mm	43 %	5 mn.	45 μ	croissance homogène du grain	polygonisation + recristallisation secondaire accélérée
de 1,6 à 1,15 mm	48 %	5 mn.	40 μ	----- recristallisation secondaire	recristallisation secondaire accélérée
de 1,6 à 1,10 mm	52 %	5 mn.	35 μ	recristallisation secondaire	recristallisation secondaire accélérée.

la recristallisation secondaire accélérée est très lente alors que le processus de migration des joints, très rapide, est nettement observé au bout de 5 minutes à 850°C (*figure 34*).

Nous pensons que les énergies mises en jeu dans ces deux processus ont des origines très différentes. Ce serait en effet l'énergie d'interface qui réglerait le mécanisme de recristallisation secondaire accélérée alors qu'une énergie de volume assurerait la recristallisation par migration des joints. Cette interprétation permet d'expliquer les différences de forme des cristaux obtenus dans l'un et l'autre cas.

IV - EXPLICATION DE LA VARIATION DE L'ECROUISSAGE CRITIQUE DE MIGRATION AVEC $\overline{D}_0$

La variation de l'écrouissage critique de migration des joints avec $\overline{D}_0$, diamètre moyen du grain initial, a été déjà signalée par plusieurs auteurs (22) (47). Elle tient au fait que l'écrouissage et la déformation permanente d'un métal sont liés par une relation qui dépend de la taille du grain. C'est pour cette raison que nous n'avons étudié ici que des agrégats de grains de taille uniforme. Il en résulte également que pour comparer les degrés d'écrouissage dans deux agrégats formés de grains de tailles différentes, on ne peut se contenter de comparer leurs taux de déformation permanente. Ce fait apparaît d'ailleurs clairement quand on observe des états écrouis au microscope électronique. Pour une déformation permanente donnée, la microstructure apparaît dans un état d'écrouissage d'autant plus avancé que le grain de l'échantillon est plus fin. A degré d'écrouissage égal, la déformation permanente est d'autant plus grande que le grain est plus gros. Dans ces conditions la notion d'écrouissage critique n'est pas correcte. On devrait la remplacer par la notion de "déformation permanente critique".

Le fait que l'écrouissage critique de migration des joints varie avec le diamètre moyen des grains $\overline{D}_0$ ne présente peut être pas une très grande signification physique. Il n'en est pas de même pour l'écrouissage critique de

germination. Cependant, à l'échelle submicroscopique, la transition polygonisation-migration des joints doit présenter un sens physique très précis puisque la migration intervient dès que la densité des dislocations est nettement différente de part et d'autre du joint.

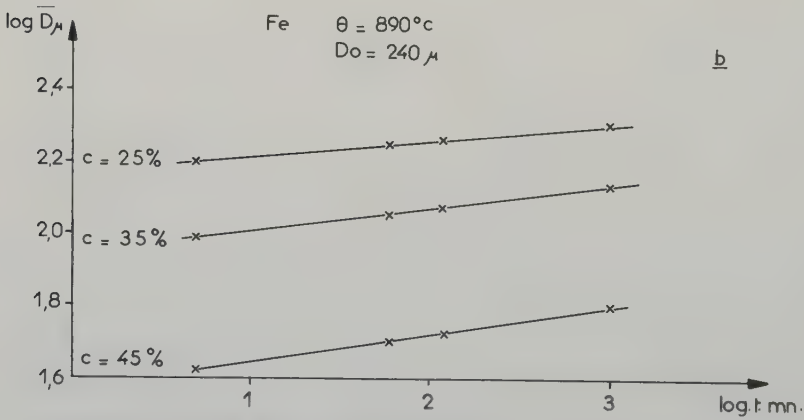
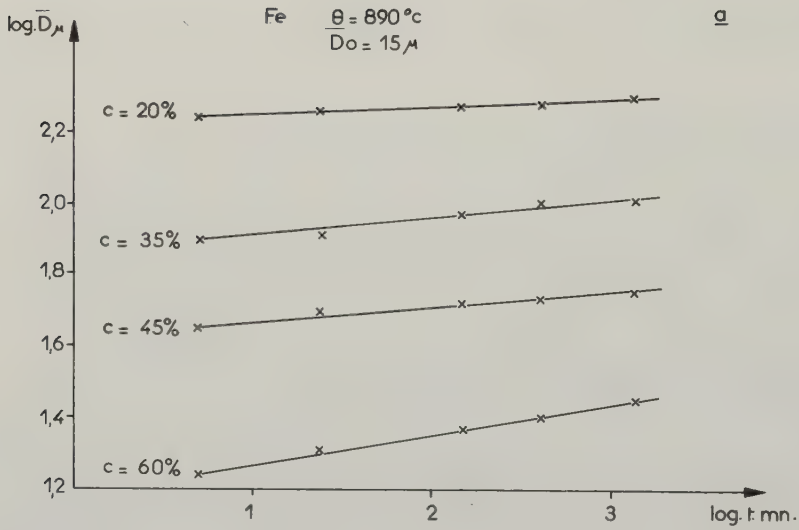
V - CROISSANCE DES CRISTAUX AU COURS DE RECUITS PROLONGES

Comme pour les échantillons dont le diamètre initial $\overline{D}_0$ est égal à 110 μ (chapitre II, *figure 32*), nous avons suivi la loi de croissance des grains obtenus après déformation et recuit d'échantillons dont la valeur de $\overline{D}_0$ est de 240 et de 15 μ . Les résultats obtenus sont rassemblés sur la *figure 38 a et b*. La loi de croissance est toujours du type $D = kt^n$. Le tableau suivant résume les différentes valeurs de n trouvées et l'apparition de la recristallisation secondaire.

$\overline{D}_0$	110 μ					240 μ			15 μ			
Domaine de recristal.	Migration des joints			Germination & croissance		Germination & croissance			Migration des joints			Migr. des joints + germ. & cr.
taux de compression %	20	30	45	50	60	25	35	45	20	35	45	60
n	0,04	0,05	0,05	0,07	0,09	0,05	0,06	0,08	0,02	0,05	0,05	0,09
Début de la recristal. secondaire	-	-	-	20 h.	6 h.	-	-	2 h.	-	-	-	80 h.

Nous constatons que n est plus faible dans le domaine de migration des joints que dans le domaine de germination et croissance. On observe une discontinuité au passage d'un domaine à l'autre. D'autre part, on n'observe pas de recristallisation secondaire dans les domaines de migration des joints alors qu'elle apparaît au bout d'un temps assez long dans le domaine de germination.

FIGURE 38



Croissance des grains après recristallisation.

Courbes de variations du logarithme du diamètre des grains $\bar{D}$ en fonction du logarithme de la durée de recuit t à la température de 890°C .

a) $\bar{D}_0 = 15\mu$, taux de déformation de 20, 35, 45 et 60 %.

b) $\bar{D}_0 = 240\mu$, taux de déformation de 25, 35 et 45 %.

CHAPITRE IV

CONFIRMATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE SUR LAMES ULTRA-MINCES DE L'INFLUENCE DU DIAMETRE MOYEN DES GRAINS SUR L'ECROUISSAGE CRITIQUE DE GERMINATION.

I - PREPARATION DES LAMES MINCES DE FER

Nous avons rencontré des difficultés d'ordre général (choix des électrolytes, tension, température) et des difficultés propres à la forme de nos échantillons.

Le fait de vouloir faire une lame mince à partir d'échantillons massifs (4 mm de diamètre et 6 mm de hauteur avant compression) ayant subi des traitements thermo-mécaniques bien précis, nous a obligé à prendre beaucoup de précautions pendant toutes les opérations de préparation pour ne pas détruire la structure interne que nous voulions observer. Nous collons nos échantillons avec de la picéine sur une plaque d'acier puis nous les amincissons sous eau avec du papier abrasif à grain de plus en plus fin pour réduire au maximum l'échauffement et l'écrouissage superficiel. Après avoir retourné l'échantillon, nous recommençons mais en utilisant cette fois comme support des plaques d'acier présentant une cavité de profondeur connue dans laquelle nous collons notre préparation. A partir de l'instant où la préparation atteint une épaisseur égale à la profondeur de la cavité, le porte-objet commence à porter donc à s'user. Cette usure est très lente parce qu'il a une surface 20 fois supérieure à celle

de la préparation. Après quelques essais, nous sommes parvenu à saisir cet instant critique. Ce système nous permet donc d'obtenir avec un papier abrasif donné une épaisseur prédéterminée et très régulière. Nous avons préparé ainsi des petites plaquettes cylindriques de $40\ \mu$ d'épaisseur qui conviennent parfaitement à l'amin-
cissement électrolytique. La principale difficulté que nous ayons rencontrée au cours du polissage en cellule est due à la faible surface de nos échantillons qui les rend particulièrement sensibles aux effets de dissolution préférentielle des bords. La fin de l'amin-
cissement est, de ce fait, très délicate. Le nombre de lames minces acceptables est limité. Bien souvent nous n'obtenons pas de lame mince du tout. Nous avons essayé de remédier à ce phénomène en dissolvant chimiquement, à l'aide d'un pinceau, la partie centrale de la préparation pour compenser la dissolution préférentielle sur les bords. En pratique, nous avons constaté que le polissage électrolytique n'arrive pas à rattraper le relief causé par la dissolution chimique. Comme la section des échantillons est limitée par la force maximale de la semi-micromachine de compression, nous nous sommes orienté vers une méthode dérivée du procédé Disa-Electropol et du procédé au jet. La lame, saisie dans une pince reliée au pôle positif d'une source de courant, est posée à plat sur une plaque de verre. L'électrolyte est projeté sur la lame par l'intermédiaire d'une pissette munie d'un tube de plastique dont le fond plat est percé de trous et fournit un jet de 3 à 4 mm de diamètre. Ce système ressemble ainsi à un petit arrosoir. Pour avoir un champ assez uniforme nous avons confectionné une cathode formée d'un fil de platine enroulé en spirale. Cette cathode est logée au fond du tube de plastique et reliée à la borne négative de l'alimentation. Nous opérons sous 40 V avec un mélange contenant 90 % d'éther monobutylique de l'éthylène glycol et 10 % d'acide perchlorique. Le réactif du Disa-Electropol destiné au polissage du fer convient également bien qu'il soit trop rapide pour permettre d'apprécier la fin de l'amin-
cissement. La distance cathode-lame est très faible, de l'ordre de 2 mm. Ce système nous a finalement donné satisfaction bien que quelques fois nous n'ayons pas pu éviter une très légère oxydation. L'aspect des structures recristallisées ou polygonisées nous permet de penser que nous n'avons pas introduit beaucoup de dislocations parasites au cours de la préparation (*figure 46 a et c*).

II - LES STRUCTURES D'ECROUISSAGE PAR COMPRESSION

La microscopie électronique permet de distinguer très nettement celles de ces structures qui conduiront à une germination au cours du recuit de celles qui subiront les autres processus de polygonisation ou de recristallisation. C'est la raison pour laquelle l'étude préalable de ces structures d'écrouissage est extrêmement importante. Nous nous sommes limité aux structures obtenues à partir d'un grain initial de $15\ \mu$ qui conduisent à un large domaine de recristallisation par migration des joints et à celles que présentent des échantillons de grain initial de $600\ \mu$ pour lesquels le domaine de migration des joints est radicalement supprimé.

1 - Structures écrouies dont le grain initial est de $600\ \mu$

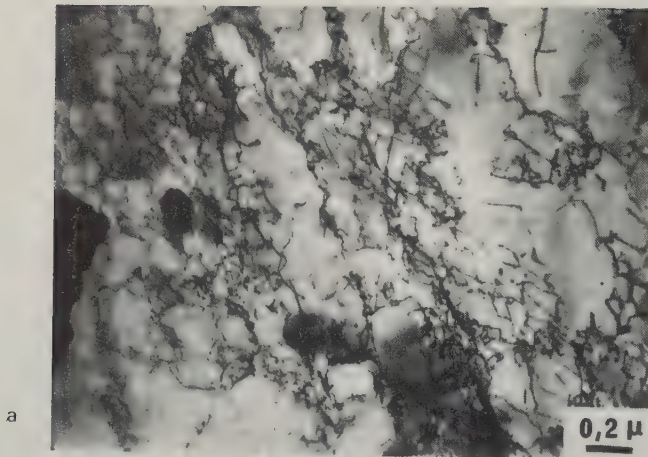
a) Domaine de polygonisation

Nous avons observé que dans les échantillons à gros grains ayant subi une déformation permanente de 12 % par exemple (*figure 39a*), les dislocations se présentent sous la forme d'écheveaux plus abondants dans une direction. Les dislocations tendent à se rassembler en parois parallèles délimitant des bandes dans lesquelles il y a peu de dislocations.

b) Domaine de recristallisation par germination

Au fur et à mesure que l'on augmente la déformation permanente, la densité de dislocations dans les parois cellulaires augmente (*figure 40 a*). Ces parois se resserrent et s'épaississent. On obtient une esquisse de microbandes dont l'intérieur se libère progressivement des dislocations. Des microbandes d'une largeur de $0,5$ à $1\ \mu$ apparaissent nettement à partir d'un taux de compression de 25 % (*figure 40 b*). Dans les sous-joints qui les délimitent, les dislocations forment un réseau tellement dense qu'on ne peut plus le résoudre. Si l'on augmente le taux de déformation, la structure d'écrouissage

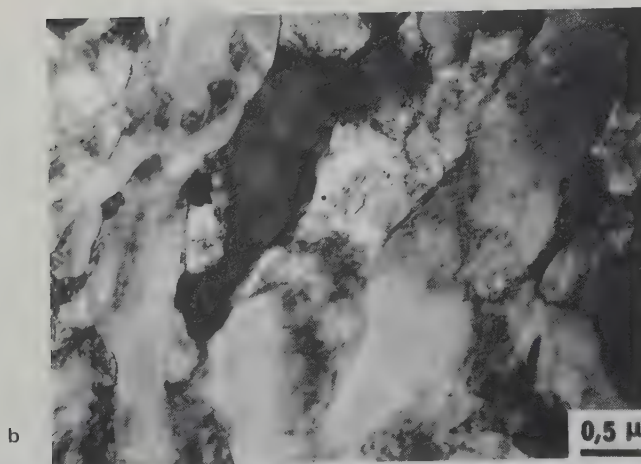
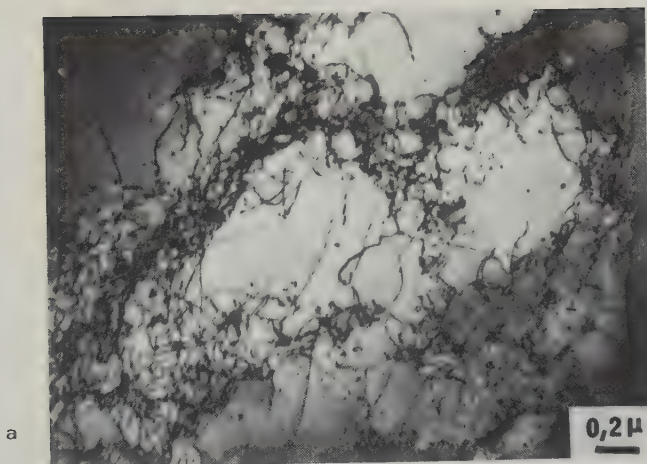
FIGURE 39



Structures écrouies.

- a) dans le domaine de polygonisation, $\overline{D}_0 = 600 \mu$, déformation de 12 %.
- b) dans le domaine de recristallisation secondaire accélérée, $\overline{D}_0 = 15 \mu$, déformation de 8 %.

FIGURE 40



Structures écrouies dans le domaine de recristallisation par germination. Apparition des micro-bandes. $D_0 = 600 \mu$

a) Déformation de 22 %.

b) Déformation de 25 %.

en micro-bandes s'étend à tout l'échantillon (*figure 41 a*). Si nous faisons diffracter les électrons sur cette structure, nous obtenons un cliché de taches dès l'instant que la surface diffractante est très petite. Au fur et à mesure que nous ouvrons le diaphragme de sélection, nous obtenons une superposition de ces clichés dont les différentes taches se placent sur des portions d'anneaux de Debye-Scherrer (*figure 41 b*). Ces arcs d'anneaux dénotent une faible désorientation des micro-bandes les unes par rapport aux autres. Cette désorientation va en croissant lorsqu'on ouvre le diaphragme de sélection, ou quand, pour une même ouverture du diaphragme de sélection, on observe des échantillons plus écrouis.

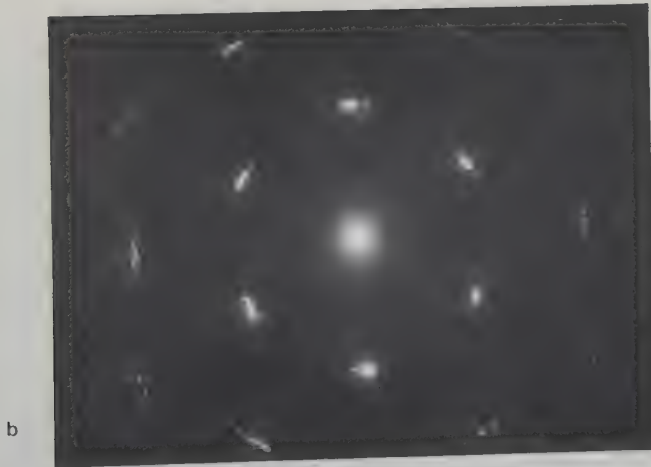
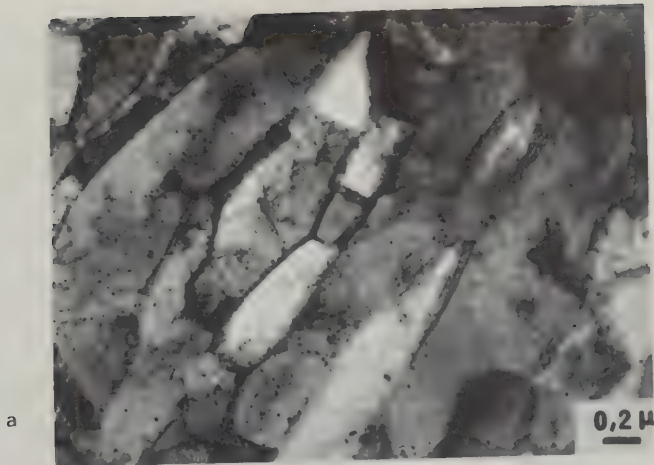
c) Détermination des plans de glissement

Nous avons pris de nombreux clichés de diffraction avec chaque fois la micrographie correspondante. Après orientation du cliché de diffraction par rapport à la micrographie, nous avons déterminé la direction des lignes de glissement. *Les figures 42, 43 et 44 illustrent les différents cas* que nous avons rencontrés à savoir :

coupe {111} (la plus fréquente)	2 directions	<112>	à 60°
	ou 2 directions	<110>	à 60°
	ou 1 direction	<112>	et 1 direction <110> à 30°
coupe {100}	1 direction	<110>	et 1 direction <100> à 45°
	ou 2 directions	<110>	à 90°
	ou 2 directions	<100>	à 90°
coupe {110}	1 direction	<100>	et 1 direction <111> à 55°
	ou 1 direction	<112>	et 1 direction <111> à 20°

Nous obtenons toujours comme directions de glissement des directions simples qui sont évidemment l'intersection du plan de coupe avec les plans de glissement que

FIGURE 41



Structures écrouies dans le domaine de recristallisation par germination. Désorientation des micro-bandes.

a) Déformation de 30 %, micrographie.

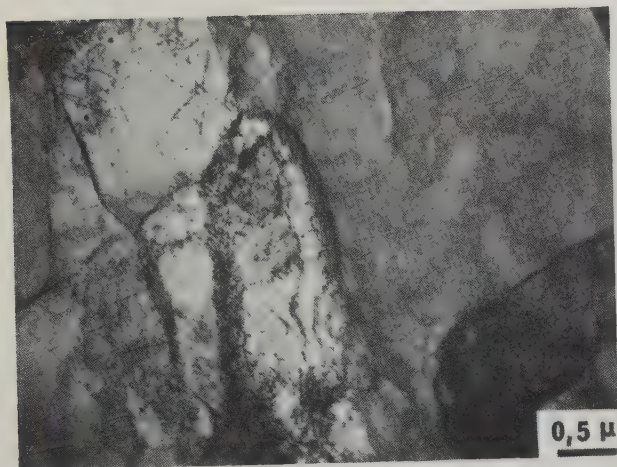
b) Cliché de diffraction des électrons correspondant.

nous voulons déterminer. Pour le faire, nous utilisons les relations angulaires entre les plans réticulaires dans le réseau cubique centré de la ferrite (Annexe IV). Comme nos plans de coupe et les directions de glissement sont simples, les plans de glissement recherchés doivent être également simples. C'est bien ce que nous avons trouvé. En faisant toutes les combinaisons d'intersections possibles des plans $\{111\}$, $\{100\}$ et $\{110\}$ avec tous les autres plans de faibles indices du système cubique centré, nous avons trouvé que seuls les plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$ admettent les directions que nous venons de donner comme intersection avec les plans de coupe rencontrés. D'autre part, les plans $\{110\}$ et $\{112\}$ sont des solutions plus fréquentes que les plans $\{123\}$. Dans de nombreux cas, une direction de micro-bandes est beaucoup plus apparente que l'autre dont les lignes sont moins régulières, plus espacées (*figure 43 a et 44 a*). Lorsque les deux systèmes de glissement ont sensiblement la même importance et la même période, on obtient des micro-blocs équiaxes (*figure 42*).

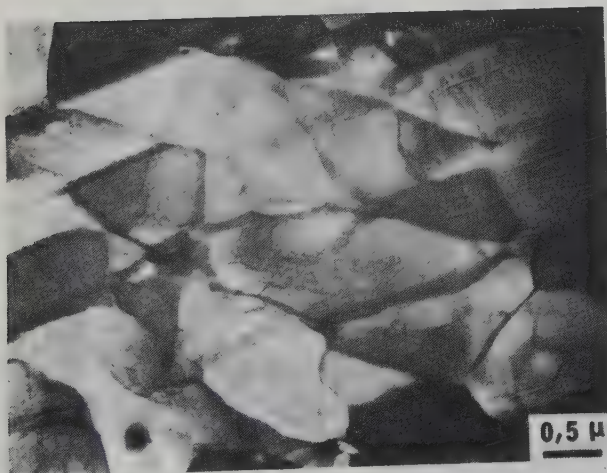
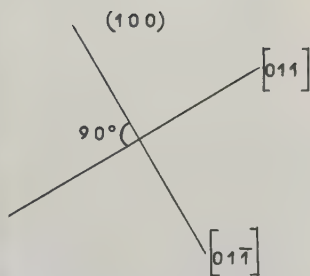
Suivant la coupe et l'importance des deux systèmes de glissement nous observons donc des blocs géométriques de forme variable : carré, rectangle, losange, parallélipède. Pour avoir une vue d'ensemble du système de glissement le moins important, nous avons été obligé de prendre des micrographies électroniques à faible grossissement. Ces différences de développement des différents systèmes de glissement sont certainement liées à l'orientation du cristal par rapport à l'axe de compression. Ceci ne peut être étudié dans des échantillons polycristallins. Certains auteurs, comme H. Hu (48) par exemple, ont pu le vérifier sur des monocristaux.

Beaucoup de chercheurs (49) (50) ont déterminé par d'autres méthodes les plans de glissement de monocristaux de fer dont on connaissait évidemment l'orientation par rapport à la direction de déformation. Les trois familles de plans en zone avec $\langle 111 \rangle$ sont considérées généralement comme les plans de glissement possibles dans les métaux cubiques centrés et en particulier le fer.

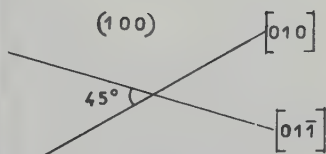
FIGURE 42



a



b

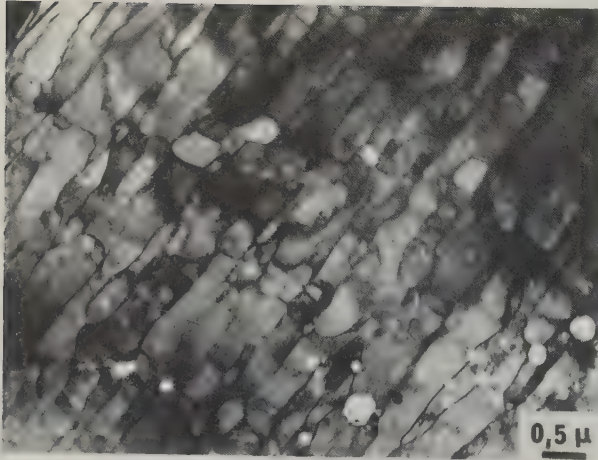


Détermination des plans de glissement à partir des directions des lignes de glissement. $\overline{D}_0 = 600 \mu$, déformation de 40 %.

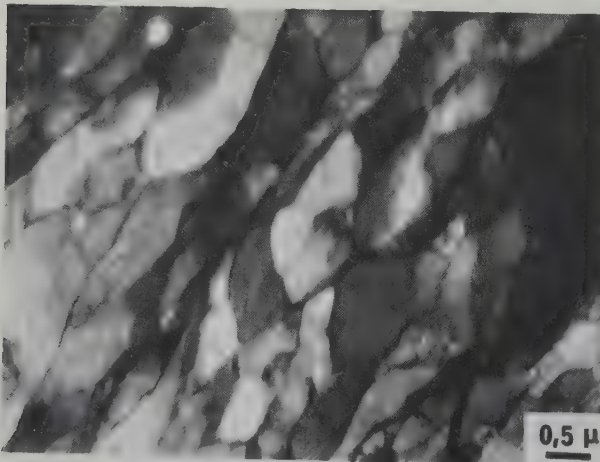
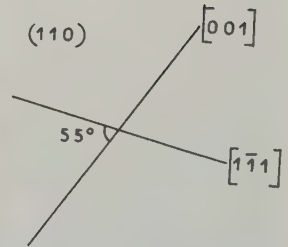
Plan de coupe (100)

a) et b) deux aspects différents de la structure d'écroutissage.

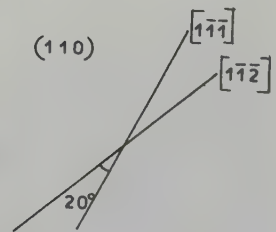
FIGURE 43



a



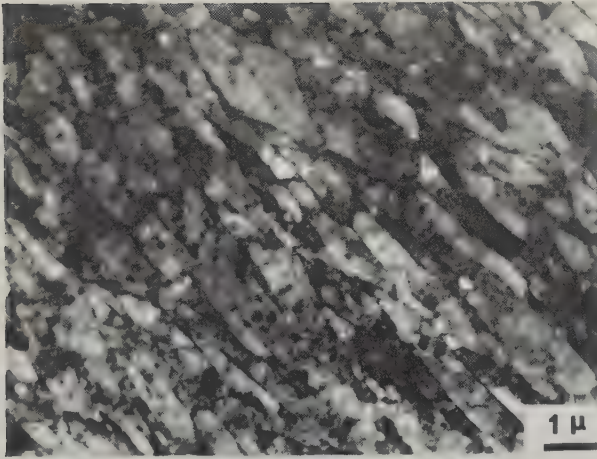
b



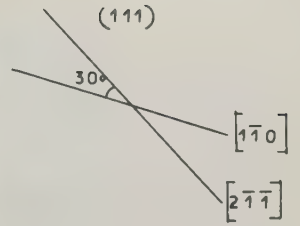
Plan de coupe (110)

a) et b) deux aspects différents de la structure d'écroutissage.

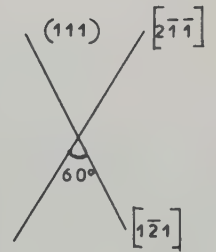
FIGURE 44



a



b



Plan de coupe (111)

a) et b) deux aspects différents de la structure d'érouissage.

2 - Structures écrouies dont le grain initial est de 15 μ .

a) Domaine de recristallisation secondaire accélérée.

Dans les échantillons à grains fins (*figure 39 b*), nous observons que les dislocations se répartissent au hasard. Elles sont très enchevêtrées et il n'y a pas d'orientation préférentielle. Aucune structure cellulaire n'apparaît.

b) Domaine de recristallisation par migration des joints.

Pour les taux de déformation appartenant à ce domaine, les structures d'écrouissage ne ressemblent pas du tout à celles que l'on observe dans les gros cristaux. Pour une déformation de 25 % (*figure 45 a*), nous observons une structure très complexe. On distingue très mal les blocs d'écrouissage. La prédominance d'un système de lignes de glissement nettes, rectilignes et bien individualisées n'existe plus. L'enchevêtrement des dislocations est total. Si on augmente l'écrouissage, les structures observées sont de plus en plus complexes jusqu'à un taux de déformation de 60 %.

c) Domaine de recristallisation par germination.

Pour des taux de compression compris entre 60 et 80 %, nous observons tantôt des structures d'écrouissage très complexes, tantôt des structures en microblocs (*figure 45 b et c*) qui s'étendent à tout l'échantillon pour une déformation dépassant 80 %. Néanmoins les micro-blocs sont moins bien individualisés que dans le cas des gros cristaux. Souvent on n'observe pas de forme bien particulière pour ces blocs qui sont sensiblement équiaxes. Si nous faisons diffracter une telle structure, nous constatons que les blocs sont désorientés les uns par rapport aux autres.

Il semble donc que l'on retrouve les facteurs favorables à la formation de blocs bien individualisés par une déformation beaucoup plus élevée

au cours de laquelle l'un des systèmes de glissement peut devenir prééminent. Le taux de 80 % qui apparaît ici comme la limite de formation d'une structure morcelée en micro-blocs correspond précisément au taux d'écrouissage critique déterminé par microscopie optique.

3 - Conclusion : rôle de la taille du grain

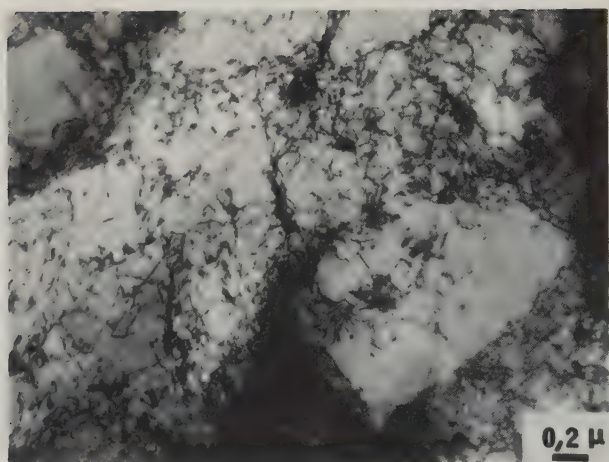
Nous pensons que le diamètre des grains peut intervenir de différentes façons :

- par les joints agissant soit en tant que sources soit en tant que barrières de dislocations
- par les nombreuses interactions entre cristaux
- par les différents systèmes de glissement possibles. Ces derniers sont évidemment en relation avec l'orientation des cristaux.

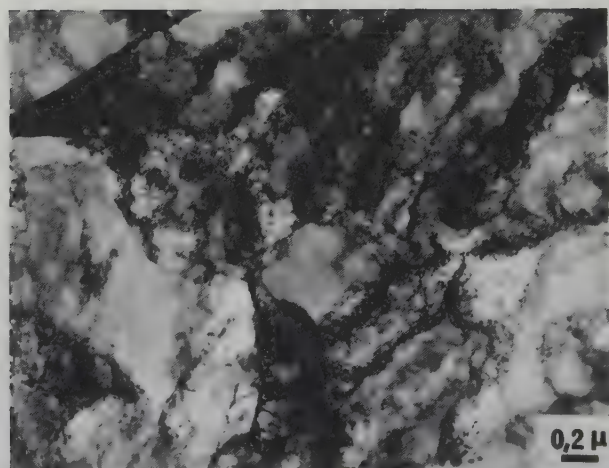
L'apparition et la propagation du glissement sont liées à la naissance et à la propagation des dislocations qui se déplacent l'une après l'autre dans le plan de glissement. Quand le grain est gros, les lignes de glissement sont très bien définies. Elles délimitent des cellules d'écrouissage à l'intérieur desquelles le glissement est impossible car les tensions dues aux dislocations accumulées et ancrées dans la zone de glissement perturbent les plans voisins sur une assez grande distance. Quand le grain est fin, le rôle des joints est accru. Les sources de dislocations sont certainement plus rapprochées. Les dislocations engendrées entraînent des réactions mutuelles. Il en résulte un nombre plus élevé de dislocations à l'intérieur du métal. A la place d'une structure en micro-bandes, nous observons un réseau de dislocations très complexe. Nous ne retrouvons une structure en micro-blocs qu'après un taux de compression très élevé de l'ordre de 80 %.

P. Morgand (22) d'une part, A.S. Keh (51) de l'autre ont limité leur étude au début de la déformation. Ils observent cependant la formation

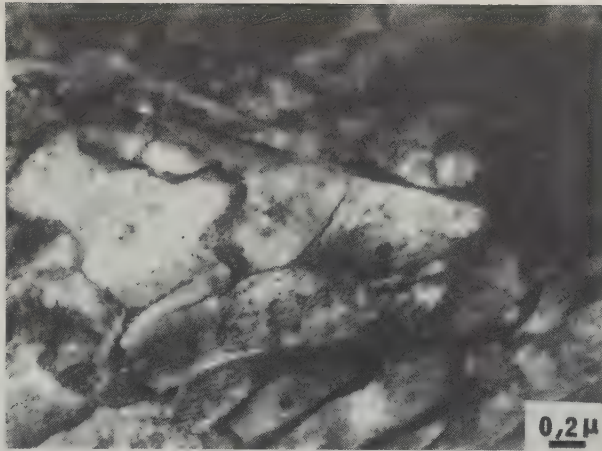
FIGURE 45



a



b



c

Structures écrouies d'échantillons à grains fins. ($\overline{D}_0 = 15 \mu$)

a) Déformation de 25 % : structure complexe.

b) Déformation de 60 % : structure complexe.

c) Déformation de 80 % : apparition de la structure morcelée.

d'une structure de bande nette dans les cristaux assez gros.

III - EVOLUTION DES STRUCTURES D'ECROUISSAGE AU COURS DU RECUIT.

1 - Echantillons à gros grains de 600 μ .

a) Domaine de polygonisation

Au cours du recuit, les parois de dislocations s'affinent et se transforment en réseaux réguliers (*figure 46 a*) présentant des aspects variables: tantôt des empilements en forme d'échelle, tantôt un réseau de quadrilatères ou d'hexagones. La finesse des parois révèle une faible désorientation entre les blocs adjacents et fait penser à des sous-joints cohérents du type joint de flexion par exemple. Le nombre de dislocations résiduelles dans les cellules a baissé. Par micrographie optique, nous observons souvent, au début du recuit, une structure polygonisée un peu particulière (*figure 46 b*). Il n'y a pas de cellules proprement dites mais des sous-joints qui sont tous parallèles dans un même cristal. Cette structure peut être observée également sur les *figures 26 et 37 d*. Elle rappelle la structure d'écrouissage avec ses lignes de glissement.

b) Domaine de recristallisation par germination

Nous avons observé des lames minces d'échantillons écrouis ayant subi un recuit de courte durée à la température de 550°C dans le but de bien saisir le début de l'évolution de la structure d'écrouissage et l'apparition de la recristallisation. Le début du recuit accentue la structure en micro-bandes ou micro-blocs : les sous-joints sont plus marqués et l'on peut se demander quel est leur degré de cohérence ; ils ne forment plus de réseaux de dislocations, par contre la désorientation entre les blocs ne nous semble pas suffisante pour qu'il y ait incohérence . L'évolution de la sous-structure est la même quel que soit le taux de compression compris entre 25 et 60 %. Pendant que la

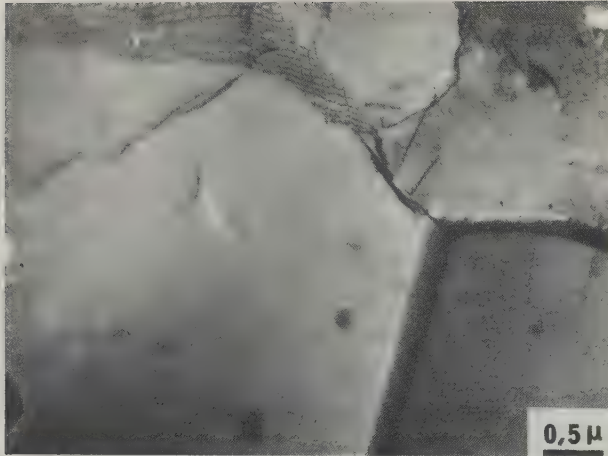
structure se perfectionne dans certaines régions, nous observons déjà dans d'autres quelques blocs de taille supérieure à la taille moyenne comme le montre la figure 47 a. Sur cette figure nous voyons en effet un bloc présentant la forme d'un losange dont la surface est dix fois supérieure à celle des blocs normaux d'écrouissage. Ce bloc est délimité par des lignes de glissement. Tout laisse à penser que les petits blocs qui le constituaient ont coalescé c'est-à-dire que les frontières entre ces blocs ont disparu sur place. C'est précisément ce bloc qui jouera le rôle de germe. Au début, son contour est formé de segments rectilignes. Il épouse littéralement la structure écrouie. Si l'on observe des lames minces d'échantillons ayant subi un recuit plus long, par exemple un recuit de 15 minutes à 550°C, on constate par endroit des zones restaurées, ailleurs des germes de recristallisation à peine développés et enfin des nouveaux cristaux en plein développement (figure 47 b). Le joint qui sépare la région restaurée de la région recristallisée est tantôt rectiligne, tantôt légèrement courbé mais n'épouse plus du tout le tracé de la structure écrouie.

Si nous rassemblons toutes les observations que nous avons faites, nous arrivons à la conclusion que le germe est un des micro-blocs ou une des micro-bandes d'écrouissage qui se développe au début du recuit par coalescence. Dans ce premier temps, il épouse la structure d'écrouissage ; ce phénomène de coalescence accroît la désorientation entre lui et la matrice, il s'en suit un accroissement local de l'énergie interfaciale ce qui permettrait au germe de se développer dans un deuxième temps par migration de sous-joints.

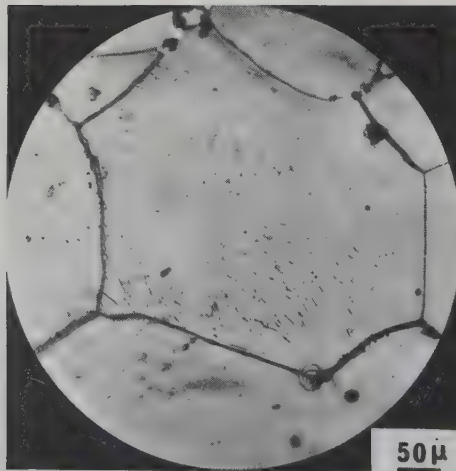
Certains auteurs pensent plutôt à un mécanisme de coalescence, d'autres plutôt à un mécanisme de migration. C'est ainsi que J-C.M. Li (52) pense que, sous l'effet de l'agitation thermique, il y a possibilité de rotation des sous-grains et coalescence quand les sous-grains seraient dans la bonne orientation par rapport à leur voisin immédiat. S. Weissmann, T. Imura et N. Hosakawa (53) dans l'aluminium, C. Rzepski et J. Montuelle (54) dans ses alliages, J. Montuelle (55) dans le cuivre, H. Hu (48) dans les ferro-silicium, ont observé la formation des nouveaux cristaux par coalescence. Par contre, J.L. Walter et E.F. Koch (56) ont observé dans les ferro-silicium une croissance des germes par migration des sous-joints.

Toutes ces études n'ont pas été faites dans les mêmes conditions. Certains auteurs ont recuit leurs lames sous le faisceau d'électrons ; on conçoit

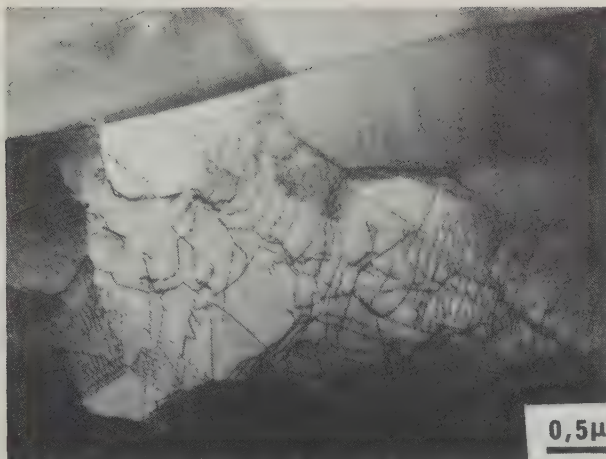
FIGURE 46



a



b

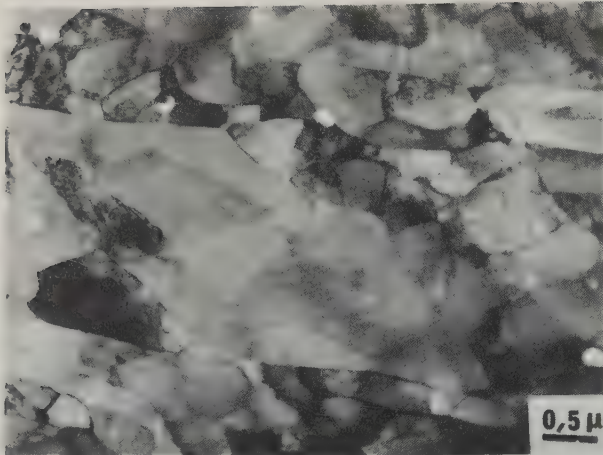


c

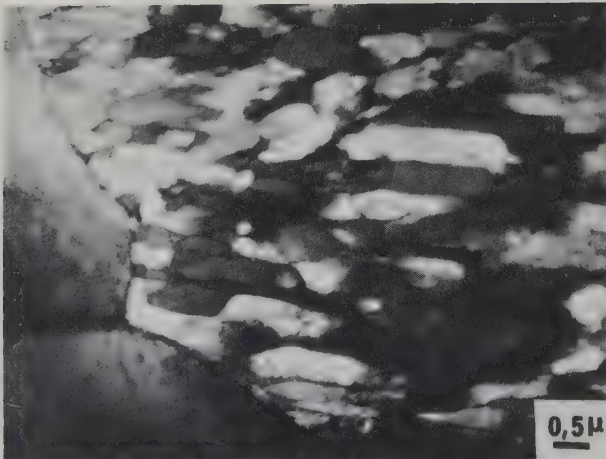
Evolution des structures faiblement écrouies au cours du recuit.

- a) $\overline{D}_o = 600 \mu$, déformation de 12 %, recuit de 15 heures à 850°C ; sous-joints de polygonisation.
- b) $\overline{D}_o = 600 \mu$, déformation de 8 %, recuit de 20 minutes à 850°C ; début de la polygonisation.
- c) $\overline{D}_o = 15 \mu$, déformation de 8 %, recuit de 2 minutes à 850°C ; recristallisation secondaire accélérée.

FIGURE 47



a



b



c

Recristallisation par germination.

$\bar{D}_0 = 600 \mu$, déformation de 40 %, recuit à 550°C.

- a) 5 minutes ; coalescence.
- b) 15 minutes ; migration de sous-joints.
- c) 5 minutes ; apparition des nouveaux grains dans les régions les plus écrouies et les plus désorientées.

alors qu'il puisse y avoir des rotations des sous-blocs puis coalescence. On conçoit moins bien ces rotations dans le cas d'un échantillon massif. D'après nos observations sur lames minces obtenues à partir d'échantillons massifs, les deux mécanismes interviendraient successivement : d'abord la coalescence, puis la migration des sous-joints.

Un autre problème est de savoir quels blocs jouent le rôle de germes. Notre technique d'amincissement nous a permis d'avoir de temps en temps une lame mince transparente sur une très grande surface ce qui nous a permis de prendre des micrographies à très faible grossissement de l'ordre de 3000 et d'avoir une vue globale de la structure (*figure 47 c*). Nous observons alors que les micro-bandes qui paraissent toutes parallèles à fort grossissement sont disposées suivant un ensemble de spirales. D'autre part deux nouveaux cristaux semblent avoir pris naissance au centre de cet ensemble de spirales. Cette région est certainement la plus écrouie et la plus désorientée. Cette observation est une justification des hypothèses de W.G. Burgers (57) approfondies par R.W. Cahn (58) suivant lesquelles les germes seraient de petites portions du cristal initial qui ont subi de fortes rotations. Quand l'écrouissage augmente, la désorientation et le nombre de germes augmentent en même temps.

Par tous ces aspects que nous venons de décrire, la germination est liée étroitement à la formation de blocs d'écrouissage bien individualisés. L'écrouissage critique de germination correspond alors à la déformation minimale nécessaire pour former de tels blocs. Par microscopie électronique nous observons que cette structure morcelée existe dans tout l'échantillon à partir d'une déformation de 25 %. Par micrographie optique, nous avons trouvé un écrouissage critique de 21 %. Pour ce taux de déformation, nous n'avons observé des blocs d'écrouissage bien délimités qu'en certaines régions. Les résultats obtenus par les deux méthodes sont donc assez concordants.

2 - Echantillons à grains fins de 15 μ .

a) Domaine de recristallisation secondaire accélérée

La *figure 46 c* correspond à un échantillon déformé de 8 % puis recuit 2 minutes à 850°C. Nous observons une région de cristal recristallisé dans

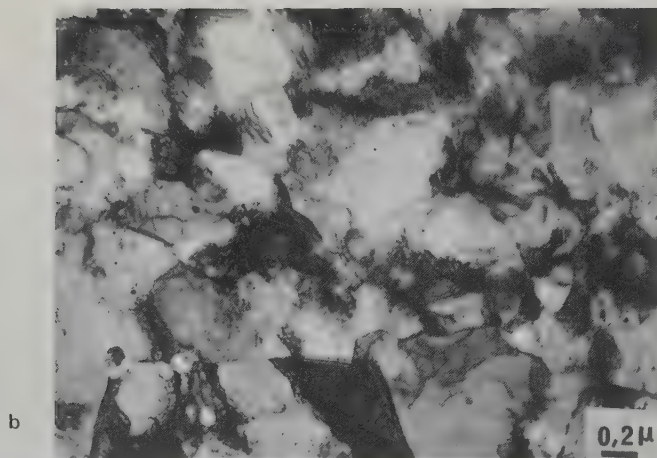
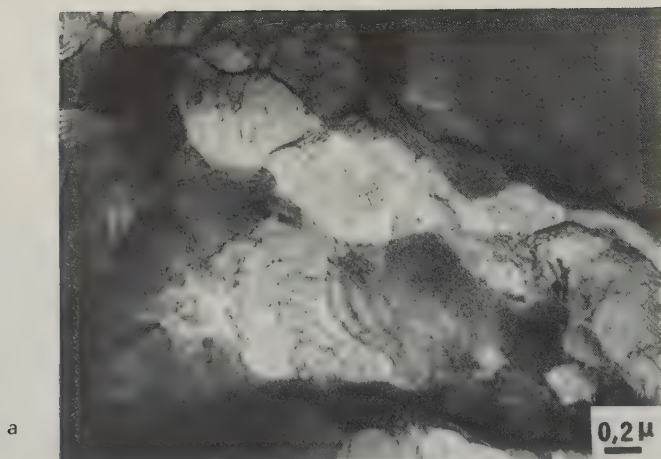
laquelle il y a très peu de dislocations à côté d'une zone restaurée qui ne contient ni sous-joints ni cellules, mais uniquement des dislocations réparties de façon uniforme pour former un réseau complexe. Le joint séparant la zone recristallisée de la zone restaurée est très régulier.

b) Domaine de recristallisation par migration des joints

Après recuit à 550°C, la structure cellulaire d'un échantillon déformé de 25 % par exemple (*figure 48 a*) se précise un peu mais reste néanmoins assez confuse. On note des variations de contraste d'une région à l'autre ce qui dénote une légère désorientation. Il reste beaucoup de dislocations à l'intérieur de ces petits domaines dont les limites ne sont pas constituées par de véritables sous-joints mais par des réseaux de dislocations plus ou moins complexes. On conçoit très bien que ces domaines ne puissent pas jouer le rôle de germes de recristallisation. Cette structure est très sensiblement identique lorsque le taux de déformation est plus élevé, par exemple lorsqu'il atteint 40 ou 60 % (*figure 48 b*).

Pendant que la sous-structure d'écrouissage se perfectionne au fur et à mesure que le recuit est poursuivi, la recristallisation par migration des joints démarre. Nous avons déjà observé ce mécanisme par micrographie optique au chapitre II. La *figure 49* est relative à un échantillon dont la taille du grain initial $\overline{D}_0$ est de 15 μ . Nous observons la migration des joints à trois endroits différents. Pour des grains aussi fins, les manipulations sont très délicates puisque nous avons dû utiliser un grossissement de x 1500. L'observation par microscopie électronique de ce mécanisme de recristallisation est également très délicate car il faut que la zone dans laquelle se déroule un tel processus soit transparente aux électrons, que le processus ne soit pas trop avancé pour qu'on puisse avoir une vue globale et reconnaître la trace de l'ancienne position du joint qui migre. La *figure 50 a* présente un exemple de ce genre. On distingue bien l'ancien joint rectiligne qui sépare la partie recristallisée blanche et très pauvre en dislocations de la partie restaurée grise et pleine de dislocations. Les clichés de microdiffraction très localisés montrent que ces deux zones ont très

FIGURE 48

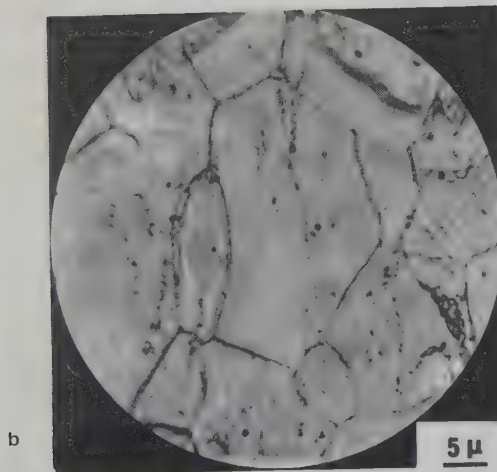
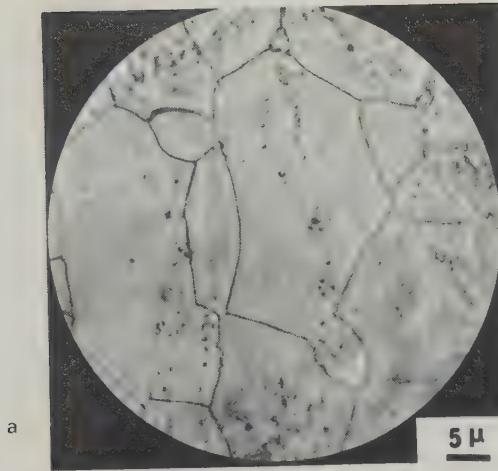


Restauration des structures écouées à grains fins de 15 μ .

a) Déformation de 25 %, recuit de 20 minutes à 550°C.

b) Déformation de 60 %, recuit de 2 minutes 30 à 550°C.

FIGURE 49



Recristallisation par migration des joints.

$$\overline{D}_0 = 15 \mu$$

Déformation de 25 %, recuit de 15 minutes à 550°C.

a) polissage et attaque au nital.

b) même plage que (a), attaque supplémentaire au picroal.

sensiblement la même orientation (*figure 50 b*).

c) Domaine de recristallisation par germination

A partir d'un taux de compression de 80 %, la structure d'écroutissage évolue, au cours du recuit à 550°C, de la même manière que dans le cas des gros cristaux. Après un recuit de 2 minutes 30, les blocs sont déjà mieux individualisés qu'après écroutissage (comparer les *figures 45 c et 51 a*). Quelques uns ont déjà une taille supérieure à la moyenne. Comme ils sont sensiblement équiaxes, il est difficile de dire s'ils se développent par coalescence ou par migration des sous-joints.

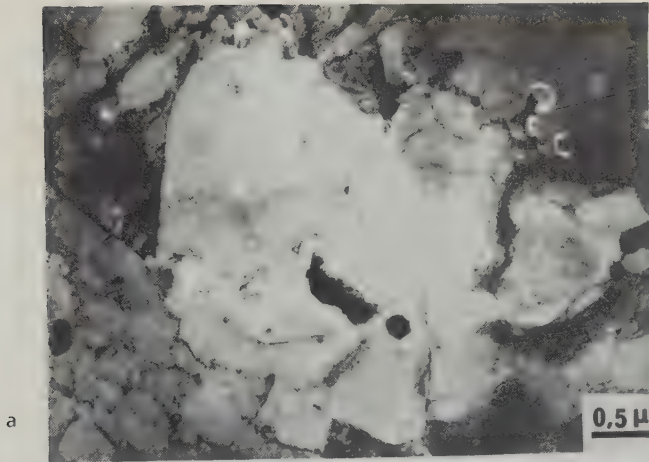
Entre les taux de déformation de 60 et 80 %, les structures d'écroutissage qui sont hétérogènes recristallisent suivant les deux mécanismes de recristallisation : à un endroit par migration des joints, à un autre par germination et croissance. Le passage de l'un à l'autre se fait très progressivement. Dans ce domaine de superposition des deux processus, l'observation, soit par microscopie optique, soit par microscopie électronique, est très délicate.

Après une déformation de 85 % et un recuit à 550°C, nous obtenons une structure recristallisée homogène dont le grain mesure 8 μ de diamètre. Nous avons laminé l'échantillon recristallisé à un taux de 91 %. Après ce nouvel écroutissage, nous observons une structure morcelée. Le recuit à 550°C (*figure 51 b*) conduit à une structure recristallisée dont le grain mesure de 5 à 8 μ . Cette valeur paraît être une limite inférieure de la taille des grains que l'on puisse atteindre par ces procédés.

IV - EVOLUTION DES STRUCTURES D'ECROUISSAGE AU COURS D'UN CHAUFFAGE DANS LE MICROSCOPE ELECTRONIQUE.

Dans le domaine de germination et croissance (*figure 52*), nous n'observons qu'un perfectionnement des blocs de la structure écroutie, suivi d'une légère coalescence souvent très localisée. De même, dans le domaine de

FIGURE 50



Recristallisation par migration des joints.

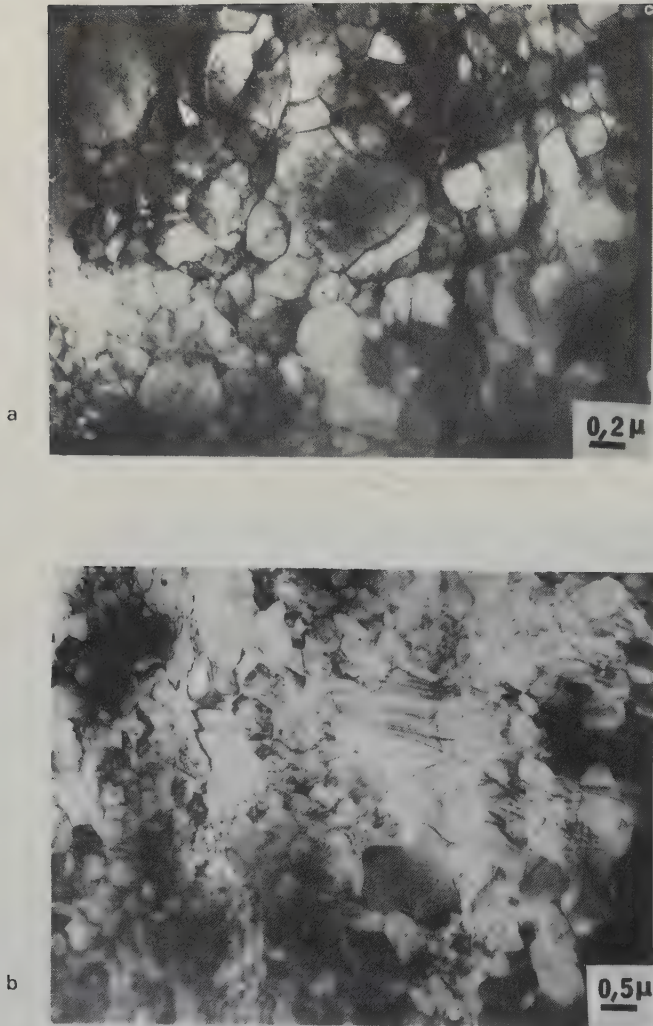
$$\overline{D}_0 = 15 \mu$$

Déformation de 40 %, recuit de 5 minutes à 550°C.

a) aspect micrographique.

b) cliché de diffraction des électrons pris à cheval sur la zone restaurée (grise) et sur la zone recristallisée (blanche). Les 2 zones situées de part et d'autre de la position de l'ancien joint de grain ont même orientation.

FIGURE 51

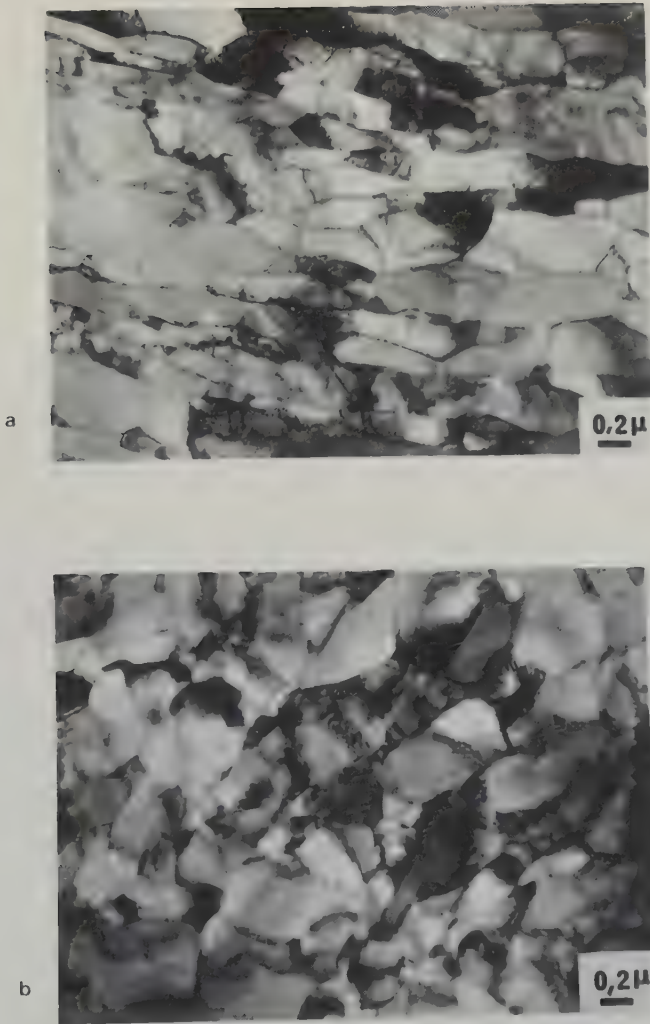


Recristallisation par germination dans les échantillons à grains fins.

a) $\overline{D}_0 = 15 \mu$, déformation de 80 %, recuit de 2 mn.30 à 550°C.

b) $\overline{D}_0 = 8 \mu$, déformation de 91 %, recuit de 15 minutes à 550°C.

FIGURE 52



Evolution des structures écrouies au cours du chauffage des lames minces dans le microscope électronique. Légère coalescence des blocs d'écrouissage.

a) $\overline{D}_0 = 600 \mu$, déformation de 40 %, recuit de 5 mn. à 600°C.

b) $\overline{D}_0 = 15 \mu$, déformation de 80 %, recuit de 5 mn. à 550°C.

migration des joints, nous n'observons qu'une restauration qui se traduit par un déplacement des dislocations qui tendent à former un réseau plus stable. Nous avons chauffé les préparations jusqu'à 45 minutes à 600°C. Pour des recuits plus longs, la préparation s'oxyde et l'observation devient impossible. Au bout de 15 à 30 minutes à 600°C, les joints se creusent et les cristaux finissent par se détacher les uns des autres. Nous avons remplacé aussi les lames d'échantillons bruts d'écrouissage par des lames d'échantillons écrouis puis très partiellement recristallisés à l'état massif afin d'observer éventuellement le déroulement ultérieur de la recristallisation. Nous n'avons pas obtenu de recristallisation dans ce cas.

Ces constatations peuvent expliquer les divergences entre certains résultats donnés par la littérature. C'est évidemment le laminé qui se prête le mieux à la préparation des lames minces. Mais une épaisseur de 50 à 100 μ doit être déjà considérée comme une limite inférieure à ne pas dépasser pour un échantillon massif. On comprend aisément que la situation est plus grave dans le cas d'une lame ultra-mince. C. Messenger (59) avait déjà noté cette absence de recristallisation sur les lames minces. Récemment, P. Merklen, E. Furubayashi, S. Kajiwara et H. Yoshida (60) ont fait une étude comparée de la recristallisation du nickel sur des échantillons pris soit à l'état massif soit sous la forme de lames minces de 0,6 et de 0,2 μ observées respectivement à l'aide de microscopes électroniques de 500 kV et de 100 kV. Ils trouvent que la recristallisation apparaît à 250°C pour l'état massif, à 350°C pour les lames de 0,6 μ et 500°C pour les lames de 0,2 μ . On voit que, dans le domaine de recristallisation, les phénomènes observés dans des lames minces ne sont pas représentatifs de ceux qui se produisent dans le métal pris à l'état massif.

CHAPITRE V

LES DEUX PROCESSUS DE RECRISTALLISATION DU ZINC

Dans notre mémoire de diplôme d'études supérieures (10), nous avons étudié la restauration et le début de la recristallisation de fils de zinc par la méthode de traction interrompue. Nous avons également tracé des courbes de variations de la taille moyenne du grain en fonction du taux d'écrouissage après un recuit de 20 minutes à différentes températures. Nous avons pensé que l'essai de compression nous permettrait de compléter ces résultats du côté des taux d'écrouissage élevés et de faire un parallèle entre le comportement du fer et celui du zinc dans les phénomènes de recristallisation.

I - METHODES EXPERIMENTALES

1 - Préparation des éprouvettes de compression

Les ébauches de $6 \times 6 \text{ mm}^2$, recuites 5 minutes à 300°C , sont laminées jusqu'à $5 \times 5 \text{ mm}^2$. Par usinage, nous obtenons des éprouvettes de 6 mm de hauteur et 4 mm de diamètre qui sont ensuite recuites 10 minutes à 300°C . La taille des grains est sensiblement uniforme. Leur diamètre moyen $\overline{D}_0$ est de 75μ environ. Par croissance de ces grains à une température de recuit de 400°C , voisine du point de fusion, nous parvenons à obtenir des grains de taille uniforme et de diamètre moyen $\overline{D}_0$ de 300μ environ.

2 - Polissage chimique et attaque micrographique

La surface des éprouvettes est polie chimiquement avec de l'acide nitrique concentré (61). On opère par immersions de brève durée dans l'acide séparées par des lavages dans un fort courant d'eau. Ces précautions sont indispensables si on veut éviter toute oxydation. Pour l'observation en lumière polarisée, une légère oxydation est souhaitable. L'attaque micrographique est effectuée dans un réactif acéto-nitrique de proportions 70 - 30. Dans le cas du zinc, on perturbe considérablement la surface externe de l'échantillon au cours du polissage au papier abrasif. Il faut dissoudre chimiquement une certaine épaisseur de métal avant de faire une quelconque observation. Un critère qui nous a permis de contrôler l'état d'écrouissage local est qu'un échantillon de zinc recristallisé ne doit pas présenter de macles. Pratiquement, si après usure au papier abrasif on fait une dissolution progressive, on voit bien le nombre de macles diminuer jusqu'à disparition complète.

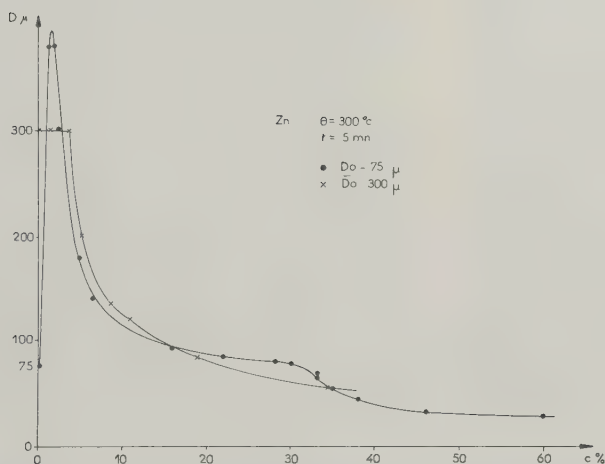
II - EVOLUTION DU GRAIN DU METAL PREALABLEMENT ECRUI PAR RECUIT DE 5 mn. à 300°C.

Nous avons représenté sur *la figure 53* les variations, en fonction du taux de compression c , du diamètre $\bar{D}$ des grains, pour des échantillons ayant subi un recuit de 5 minutes à 300°C. Les deux courbes correspondent à des échantillons de diamètres de grain initial différents $\bar{D}_0 = 75 \mu$ et $\bar{D}_0 = 300 \mu$.

Dans le premier cas, le grain croît presque immédiatement à partir de 75μ pour atteindre une valeur de 400μ à l'écrouissage critique situé à 1,5 % ; il décroît ensuite d'abord rapidement puis plus lentement tout en restant supérieur à sa taille initiale jusqu'à un taux de compression de 30 %. A partir de ce taux, $\bar{D}$ décroît de nouveau, rapidement puis plus lentement, pour atteindre une valeur de 30μ au taux de 60 %.

Dans le deuxième cas, le grain conserve sa taille initiale de 300μ jusqu'à un taux de 4 %. Au-delà de ce taux, $\bar{D}$ décroît très rapidement au départ

FIGURE 53



Courbes de variations du diamètre des grains $\bar{D}$ en fonction du taux de compression préalable c , au cours d'un recuit de 5 minutes à 300°C pour des échantillons de zinc de tailles de grains sensiblement uniformes de valeurs respectives $\bar{D}_0 = 300 \mu$ et $\bar{D}_0 = 75 \mu$.

puis de plus en plus lentement. Ces deux courbes ressemblent beaucoup aux courbes de la figure 34 obtenues avec le fer à ceci près que l'écrouissage critique est très faible dans le cas du zinc ce qui limite le domaine de polygonisation.

Nous n'avons pas pu mettre directement en évidence la structure de polygonisation par micrographie optique. Par contre, les micrographies de la figure 54 permettent de distinguer clairement les deux mécanismes de recristallisation. La micrographie de la figure 54 a représente un échantillon à gros grains de 300μ déformé de 20 % et recuit 1 minute à 300°C . Les premiers cristaux de germination apparaissent surtout aux joints des grains et près des macles. La figure 54 b représente la structure d'un échantillon à grains de 75μ , déformé de 14 % puis recuit 2 minutes à 300°C . La micrographie a été prise en lumière

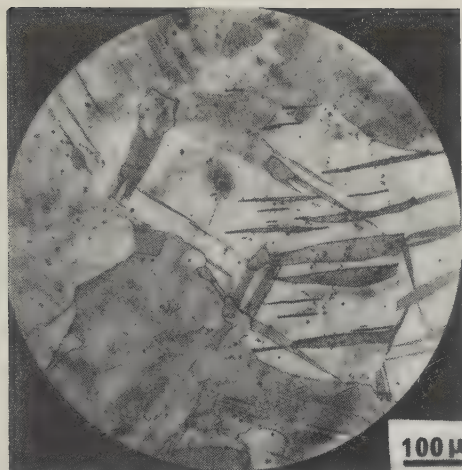
polarisée. Les anciens grains sont très équiaxes. A deux endroits marqués A et B, apparaît un phénomène de recristallisation par migration des joints. Le volume recristallisé (dans le plan la surface recristallisée) a la même teinte que le cristal mère qui lui a donné naissance donc la même orientation. Grâce à une légère oxydation et à l'observation en lumière polarisée, nous disposons ainsi d'une technique aussi efficace que dans le cas du fer pour mettre en évidence la migration des joints. Sur *les figures 54 c et d* nous observons, dans un cristal maclé, un phénomène de migration analogue. L'une des micrographies a été prise en fond clair, l'autre en lumière polarisée. En fond clair, nous distinguons nettement deux macles perpendiculaires l'une à l'autre dans le gros cristal central dont nous observons à la fois l'ancien et le nouveau contour. En lumière polarisée, on observe nettement que les trois quarts de la surface de l'individu maclé ont recristallisé ce qui se traduit à la fois par une teinte uniforme et par la disparition des macles. Le quart non recristallisé présente une teinte différente indiquant une différence d'orientation. Bien entendu, il est resté maclé. Quand l'écrouissage augmente, le nombre de macles augmente et il n'est plus possible pratiquement de suivre ce mécanisme de recristallisation par microscopie optique car la structure est de plus en plus déchiquetée et on n'arrive plus à distinguer la position des anciens joints.

Tous ces résultats présentent une très grande similitude avec ceux que nous avons obtenus sur le fer. En particulier, le diamètre initial des grains a la même influence. Mais l'écrouissage critique est si faible dans le cas du zinc que le domaine de polygonisation, ou de recristallisation secondaire accélérée, ne s'étend que sur un intervalle de déformation permanente de 1 ou 2 %, ce qui rend leur étude très difficile.

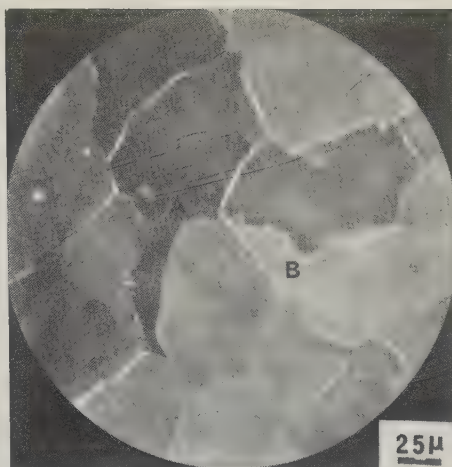
III - CROISSANCE DES CRISTAUX APRES RECRISTALLISATION AU COURS D'UN RECUIT DE LONGUE DUREE.

Nous avons suivi la loi de croissance des grains obtenus après déformation et recuit de deux types d'échantillons dont le grain initial $\overline{D}_0$ mesurerait respectivement 300 et 75 μ . La loi de croissance est toujours du type $D = kt^n$

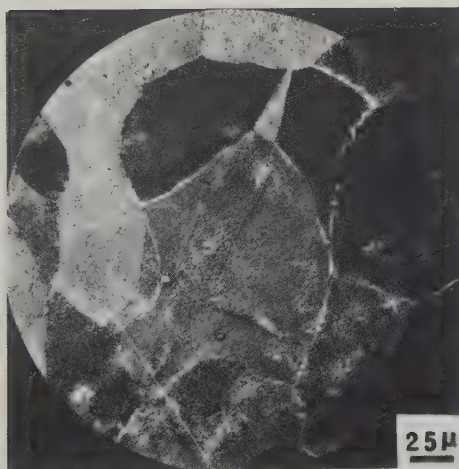
FIGURE 54



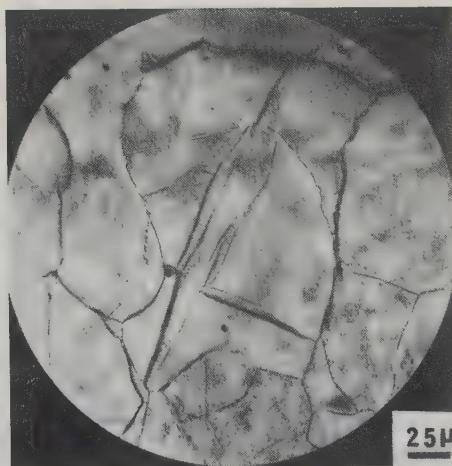
a



b



c



d

Recristallisation du zinc.

- a) Germination. $\overline{D}_0 = 300 \mu$, déformation de 20 %, recuit de 1 minute à 300°C ; lumière polarisée.
- b) Recristallisation par migration des joints en 2 endroits marqués A et B. $\overline{D}_0 = 75 \mu$, déformation de 14 %, recuit de 2 minutes à 300°C ; lumière polarisée.
- c) Recristallisation par migration des joints dans un cristal maclé. $\overline{D}_0 = 75 \mu$, déformation de 14 %, recuit de 2 minutes à 300°C ; lumière polarisée.
- d) Même plage que (c), lumière blanche.

comme le montre la figure 55 qui représente les variations du logarithme du diamètre $\overline{D}$ en fonction du logarithme du temps pour différents taux de déformation aux températures de 300 et 380°C.

Le tableau suivant résume les différents résultats obtenus.

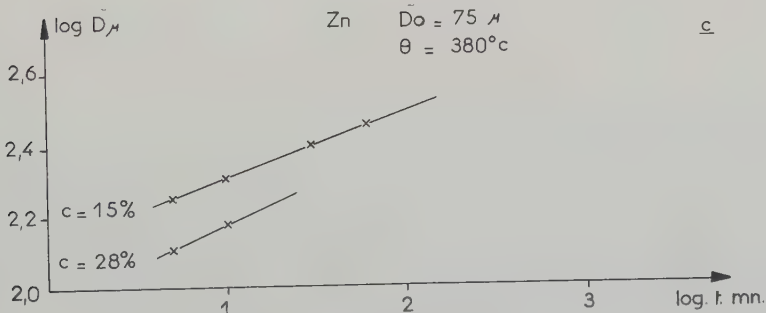
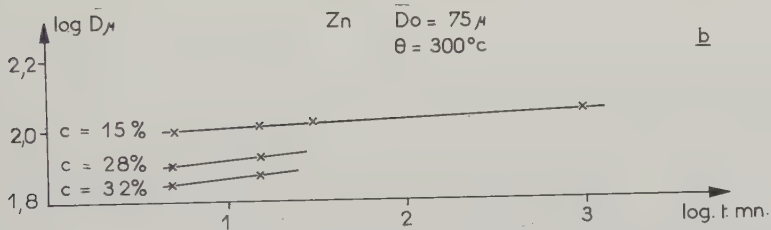
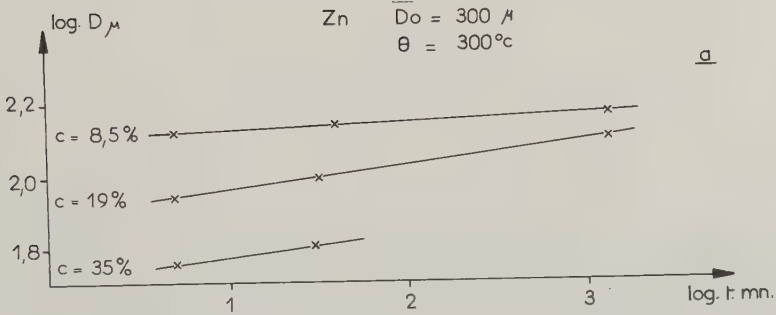
$\overline{D}_0$	300	75				
θ °C	300	300		380		
Domaine de recristal.	Germination et croissance	Migration des joints	Germination & croissance	Migration des joints	Germination & croissance	
c %	8,5 19 35	15	28 32	15	28 32	
n	0,02 0,06 0,06	0,02	0,04 0,05	0,18	0,25 -	
Début de la recristal. secondaire	- - 30mn.	-	15mn. 15mn.	-	5 mn. 5mn.	

Comme dans le cas du fer, nous constatons que l'exposant n est plus faible dans le domaine de migration des joints que dans le domaine de germination.

Si nous obtenons des valeurs de n plus élevées dans le cas du zinc que dans le cas du fer, c'est uniquement parce que nous avons fait des expériences à des températures beaucoup plus proches du point de fusion dans le zinc que dans le fer où la transformation $\alpha \rightleftharpoons \gamma$ du fer perturberait considérablement les phénomènes. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle on préfère fabriquer de gros cristaux de fer par la méthode de l'écrouissage critique.

Dans le cas du zinc, on distingue parfaitement la recristallisation secondaire de la croissance homogène dans le domaine de germination et croissance à la température de 300°C. Aux températures supérieures, cette distinction devient

FIGURE 55



Croissance des grains de zinc après recristallisation.

Courbes de variations du logarithme du diamètre des grains $\bar{D}$ en fonction du logarithme du temps de recuit t .

a) $\bar{D}_0 = 300 \mu$, température de 300°C , taux de déformation de 8,5 ; 19 et 35 %.

b) $\bar{D}_0 = 75 \mu$, température de 300°C , taux de déformation de 15, 28 et 32 %.

c) $\bar{D}_0 = 75 \mu$, température de 380°C , taux de déformation de 15 et 28 %.

de plus en plus délicate. C'est ainsi qu'à 380°C, la croissance homogène devient si rapide et conduit à des grains si gros qu'on ne peut plus les distinguer des grains développés par recristallisation secondaire. Il doit subsister cependant des différences d'orientations.

CONCLUSIONS GENERALES

Dans le présent travail, nous avons abordé l'étude de la restauration, de la polygonisation et des processus de recristallisation des métaux, pris à l'état d'agrégat polycristallin, dans des conditions expérimentales qui nous ont été dictées par le souci de parvenir à une vue aussi large que possible de l'ensemble des phénomènes et surtout des conditions de passage d'un type de phénomène à un autre. Le choix du métal étudié aussi bien que celui de la technique de recherche a été guidé, à chaque instant, à la fois par notre désir d'obtenir des résultats simples et nets et par l'efficacité plus ou moins grande de telle ou telle technique dans la détection ou l'analyse de tel ou tel phénomène.

De très nombreuses études avaient été conduites avant la nôtre sur le sujet. Mais elles portaient soit sur des cristaux uniques, à peine déformés, soit, à l'opposé, sur des tôles laminées ayant subi une déformation très élevée.

Au cours de notre travail, nous nous sommes aperçu que la taille initiale des cristaux est un facteur essentiel des processus de restauration, de polygonisation ou de recristallisation après écrouissage et recuit. Aussi avons-nous dû mettre au point des procédés permettant d'obtenir des agrégats dont les cristaux ont une taille sensiblement uniforme, choisie à l'avance. Opérer sur des agrégats de cristaux de tailles très différentes n'aurait eu aucun sens.

D'autre part, nous avons pensé que la compression est le mode de déformation qui permet le mieux de couvrir toute la gamme des taux d'écrouissage depuis les plus faibles jusqu'aux plus importants. Cependant, dans le domaine de la restauration et du début de la recristallisation, la déformation par traction

présente une extrême sensibilité qui nous a permis d'analyser de façon très précise les phénomènes.

Le choix du fer comme exemple de base dans l'étude des processus de recristallisation s'est rapidement imposé parce que ce métal présente des taux d'écrouissage critique élevés permettant de séparer clairement les différents processus.

Au chapitre I, nous avons montré que la restauration des métaux cubiques à faces centrées se présente, à l'essai de traction interrompue, sous deux aspects très différents dont la manifestation dépend de la température de la période de repos sous charge nulle.

- à basse température, par exemple à 25°C pour le cuivre, l'arc de la courbe effort-déformation situé après le repos (ou le recuit) vient se placer très exactement dans le prolongement de la courbe avant repos (ou recuit).
- aux températures de recuit plus élevées, par exemple à 80°C dans le cas du cuivre, l'arc de courbe après recuit est très fortement décalé, du côté des faibles efforts, par rapport au prolongement de la courbe effort-déformation avant recuit.

Dans le premier cas, on peut définir et mesurer l'énergie de restauration par l'aire comprise entre les courbes avant et après repos (ou recuit) que nous appelons "aire d'irréversibilité". Cette énergie de restauration est de l'ordre de quelques 10^{-3} cal/g. Lorsqu'on accroît la durée du repos, ou du recuit, elle croît très rapidement d'abord, puis tend vers une limite. On peut représenter ses variations en fonction du temps sous la forme $W_r = Kt^n$; n est compris entre 0,27 et 0,80 selon la nature du métal et selon le taux de déformation.

Des phénomènes de vieillissement nous ont empêché d'approfondir cette étude dans le cas du fer de pureté électrolytique. Dans le cas du zinc et des métaux hexagonaux, le phénomène de recouvrance interdit cette définition expérimentale de l'énergie de restauration.

Au chapitre II nous étudions, d'une part, la polygonisation, d'autre part, la recristallisation d'échantillons de fer électrolytique, dont les grains ont une taille très sensiblement uniforme de 110 μ , au cours d'un revenu de 20 minutes à 700°C.

Ces échantillons possèdent deux taux d'écrouissage critique. Le premier, situé à un degré de déformation permanente de l'ordre de 10 %, sépare le domaine de restauration-polygonisation du domaine de recristallisation par migration des joints. Il est extrêmement net. La croissance des grains est très rapide puisque leur diamètre moyen passe de 110 à 300 μ environ. Le second, qui sépare le domaine de recristallisation par migration des joints du domaine de recristallisation par germination, est assez peu marqué. La taille moyenne des grains, au lieu de croître, décroît progressivement lorsqu'on passe d'un taux de déformation permanente par compression de 50 % à un taux de 55 %. Les deux processus de recristallisation se superposent dans cet intervalle des taux de déformation.

Dans le domaine de restauration-polygonisation, l'avancement x de la restauration, défini par le rapport $x = \frac{F - L}{F - L_0}$, dans lequel L_0 est la limite élastique avant écrouissage, F la limite élastique après écrouissage et L la limite élastique après écrouissage et recuit, est une fonction linéaire $x = a + b \text{ Log } t$ du logarithme du temps. Aux faibles taux d'avancement, par exemple pour $x = 0,4$, l'énergie d'activation vaut 18 kcal/atg environ ce qui est de l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation de migration des lacunes. Aux taux d'avancement élevés, on trouve 57 kcal/atg, valeur voisine de celle de l'énergie d'activation de l'auto-diffusion du fer.

Il faut insister sur le fait que, dans nos expériences, nous avons pu faire des déterminations pour des taux d'avancement voisins de 1 alors que Michalak et Paxton (32) avaient dû extrapoler parce, qu'en fait, ils ne séparaient pas la polygonisation de la recristallisation.

Nous avons étudié la cinétique de la recristallisation entre les températures de 450 et 750°C car les phénomènes de restauration et de recristallisation,

et même, les processus de recristallisation, peuvent être nettement distingués. Aux températures inférieures à 700°C, s'établit une compétition entre polygonisation et recristallisation favorisée par la croissance du taux d'écrouissage critique lorsque la température s'abaisse.

La croissance des cristaux, au cours d'un recuit prolongé à 850°C, satisfait à une loi du type $D = kt^n$; n peut atteindre la valeur maximale théorique de 0,5. Alors que la recristallisation, réglée par la libération d'une énergie volumique, se propage de façon irrégulière, la croissance après recristallisation se fait par déplacement uniforme des joints parallèlement à eux-mêmes parce que c'est l'énergie interfaciale qui règle ce processus.

Au chapitre III, nous avons étudié l'influence de la taille du grain sur la position des deux écrouissages critiques et sur l'évolution des phénomènes dans les différents domaines. Pour cela nous avons préparé des échantillons dont les grains avaient une taille sensiblement uniforme, définie par les valeurs 15, 110, 180, 240, 400 et 600 μ de leur diamètre moyen $\overline{D}_0$. L'écrouissage critique polygonisation-migration des joints est assez peu sensible aux variations de taille puisqu'il passe de 8 % environ à 16 % lorsque $\overline{D}_0$ passe de 15 μ à 300 μ . Par contre, l'écrouissage critique de germination, de 16 % pour les agrégats dont $\overline{D}_0$ vaut 300 μ , atteint la valeur considérable de 80 % pour une taille de grain de 15 μ . Le processus de recristallisation par migration des joints disparaît totalement lorsque la taille du grain est supérieure à 300 μ . Seul subsiste l'écrouissage de germination qui passe de 16 à 21 % lorsque la taille du grain passe elle-même de 300 à 600 μ . L'interprétation de ces faits est délicate. Il faut noter, tout d'abord, que le taux de déformation permanente que nous prenons comme paramètre de définition de l'écrouissage parce que c'est le seul qui nous soit accessible, ne peut pas être confondu avec le véritable degré d'écrouissage résultant de l'accumulation de tensions. Cela est particulièrement clair dans le cas des cristaux de très faible taille qui sont soumis à des contraintes élevées bien qu'ils ne subissent qu'une faible déformation permanente. C'est très probablement ce fait qui explique l'allure de la courbe de variations des taux d'écrouissage critique de polygonisation-migration, puis de polygonisation-germination en fonction de la taille du grain. Lorsque la taille du grain décroît, la polygonisation est remplacée par une recristallisation secondaire accélérée.

Ceci s'interprète par la prééminence des énergies interfaciales sur les énergies volumiques lorsque le grain est très fin. Le fait que le déplacement des joints est très régulier lorsqu'il s'effectue sous l'influence des énergies interfaciales, très irrégulier, au contraire, lorsque les énergies volumiques le règlent, permet de vérifier, dans chaque cas particulier, le bien fondé de cette interprétation.

C'est ainsi que les agrégats formés de grains de $15\ \mu$ présentent un phénomène de recristallisation secondaire accélérée avec croissance exagérée de certains grains qui, aux faibles taux d'écrouissage, parvient à l'emporter sur la polygonisation.

Au chapitre IV, nous montrons, grâce à des observations au microscope électronique sur lames ultra-amincies heureusement complétées par des expériences de microdiffraction des électrons, que le comportement du métal à la recristallisation est en quelque sorte prédéterminé par la structure de déformation créée par l'écrouissage préalable. En particulier, l'aptitude à la germination est liée à la propriété du métal de se morceler en petits blocs bien individualisés et légèrement désorientés les uns par rapport aux autres. Dans les grains de $600\ \mu$ cette structure de micro-blocs ou de micro-bandes apparaît dès un taux de déformation de 25 % alors que dans les grains de $15\ \mu$ elle apparaît pour un taux de 80 %. Ainsi se trouve expliqué le fait que l'écrouissage critique de germination passe d'environ 21 % à plus de 80 % lorsque la taille du grain passe de 600 à $15\ \mu$.

La microscopie électronique et la microscopie optique se sont révélées d'une remarquable efficacité pour bien saisir les processus de passage d'un mécanisme d'évolution à l'autre et pour analyser les structures hybrides qui se forment lors de ce passage. C'est ainsi que nous avons étudié successivement les passages suivants :

- polygonisation $\rightarrow$ recristallisation par germination
- polygonisation $\rightarrow$ recristallisation par migration des joints
- polygonisation $\rightarrow$ recristallisation secondaire accélérée
- recristallisation par migration des joints $\rightarrow$ recristallisation par germination
- recristallisation secondaire accélérée $\rightarrow$ recristallisation par migration des joints.

Enfin, nous étudions au chapitre V la recristallisation du zinc afin d'établir un parallèle entre le comportement d'un métal hexagonal compact et celui d'un métal cubique centré.

Nous retrouvons, dans le cas du zinc, les deux mécanismes de recristallisation que nous avons observés dans celui du fer. Cependant, la valeur relativement faible de l'écrouissage critique de migration rend cette étude très délicate pour les faibles déformations. Cela confirme que le choix du fer, comme sujet principal de recherche était tout à fait judicieux.

La structure cristallographique du métal ne semble donc avoir une influence sur les processus de recristallisation que par le biais des textures d'écrouissage.

BIBLIOGRAPHIE

- | | |
|--|--|
| (1) C. CRUSSARD | <i>Mém. Scient. Rev. Mét.</i> <u>41</u> (1944) 111 & 133 |
| (2) P.A. BECK, P. SPERRY | <i>J. Appl. Phys.</i> <u>21</u> (1950) 150 |
| (3) G. CHAUDRON | 7ème Colloque de Métallurgie, Presses Universitaires de France (1963) 201 |
| (4) D. MAYER | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1961) |
| (5) D. MAYER | <i>Mém. Scient. Rev. Mét.</i> <u>58</u> (1961) 574 |
| (6) D. MAYER & R. FAIVRE | <i>C. R. Ac. Sc.</i> <u>252</u> (1961) 1601 |
| (7) C. PELTRE (Melle) | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1961) |
| (8) M. COLLIGNON (Melle) | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1962) |
| (9) M. DARROU-COLLIGNON (Mme) &
R. FAIVRE | <i>C. R. Ac. Sc.</i> <u>257</u> (1963) 5141 |
| (10) J.P. HILGER | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1962) |
| (11) J.P. HILGER & R. FAIVRE | <i>C. R. Ac. Sc.</i> <u>257</u> (1963) 2108 |
| (12) D. LAVIGNE | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1964) |
| (13) J. ANTONCZAK | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1964) |
| (14) C. TRIVI | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1965) |
| (15) G. REMY | Diplôme d'Etudes Supérieures, Nancy (1965) |
| (16) L.M. CLAREBROUGH, M.E. HARGREAVES
& M.H. LORETTO | <i>Recovery and Recrystallization of Metals</i> ,
L. Himmel ed., Interscience Publishers New-York, London (1963) 63 |
| (17) F. BOURELIER (Mme) & J. LE HERICY | 7ème Colloque de Métallurgie, Presses Universitaires de France (1963) 33 |
| (18) T.V. CHERIAN, P. PIETROKOWSKY &
J.E. DORN | <i>Trans. AIME</i> <u>185</u> (1949) 948 |
| (19) B. JUNGMANN | <i>Mém. Scient. Rev. Mét.</i> <u>65</u> (1968) 113
Thèse, Nancy (1969) |
| (20) J.P. HILGER | <i>C. R. Ac. Sc.</i> <u>264 C</u> (1967) 560 |
| (21) J.P. HILGER | <i>Mém. Scient. Rev. Mét.</i> <u>65</u> (1968) 723 |
| (22) P. MORGAND | <i>Mém. Scient. Rev. Mét.</i> <u>61</u> (1964) 271 & 361 |

- (23) J.E. BAILEY & P.B. HIRSCH *Proc. Roy. Soc. (A)* 267 (1962) 11
- (24) A. HAMELIN & C. GOUX *7ème Colloque de Métallurgie, Presses Universitaires de France* (1963) 167
- (25) G. CHAUDRON, P. LACOMBE & N. YANNAQUIS *C. R. Ac. Sc.* 226 (1948) 1372
- (26) C. GOUX & J. MONTUELLE *4ème Colloque de Métallurgie, Presses Universitaires de France* (1961) 149
- (27) J.P. HILGER *C. R. Ac. Sc.* 264 C (1967) 2108
- (28) J.P. HILGER *C. R. Ac. Sc.* 268 C (1969) 223
- (29) J.G. BYRNE *Recovery Recrystallization and grain growth Mac Millan S.in Mat. Sc. New-York* (1965) 40 & 60
- (30) Y. ADDA & J. PHILIBERT *La diffusion dans les solides, Bibl. des Scien. et Techniques Nucléaires, Presses Universitaires de France* (1966) 80, 511 & 1133
- (31) W.C. LESLIE, J.T. MICHALAK & F.W. AUL *Iron and its Dilute Solid Solution, C.W. Spencer & F.E. Werner eds. New-York, Interscience Publishers* (1963) 119
- (32) J.T. MICHALAK & H.W. PAXTON *Trans. AIME* 221 (1961) 850
- (33) N.J. PETCH *J. Iron and Steel Inst.* 174 (1953) 25
- (34) P. LESBATS *Publications Scientifiques et Techniques du Ministère de l'Air n° 431* (1967)
- (35) P. FELTHAM *Acta Metallurgica* 5 (1957) 97
- (36) E. DUPUY *Métaux, Corr. Indus.* 29 (1954) 225
- (37) M. PAULUS *Métaux, Corr. Indus.* 37 (1962) 447
- (38) M. DECHAMPS *Thèse Doctorat 3ème Cycle, Paris* (1967)
- (39) J.E. BURKE & D. TURNBULL *Progress in Metal Physics, Pergamon Press, London,* 3 (1952) 220
- (40) N.F. MOTT *Proc. Phys. Soc. London* 60 (1948) 391
- (41) D. TURNBULL *Trans. AIME* 191 (1951) 661
- (42) J. MONTUELLE *Thèse Ingénieur-Docteur, Paris* (1958)
- (43) J. TALBOT *Nouvelles propriétés physiques et chimiques des métaux de très haute pureté. Coll. int. CNRS Paris* (1959) 161
- (44) N.A. DE LIBANATI (Mme), D. CALAIS & P. LACOMBE *J. Nucl. Mat.* 10 (1963) 23
- (45) R. PENELLE, D. POLLNOV & P. LACOMBE *Mém. Scien. Rev. Mét.* 65 (1968) Numéro spécial S 351

- (46) P. POEYDOMENGE, G. CIZERON
& P. LACOMBE *6ème Colloque de Métallurgie, Presses Uni-
versitaires de France (1962) 61*
- (47) J. RZEPSKI *Mém. Scien. Rev. Mét. 65 (1968) Numéro
spécial S 291*
- (48) H. HU *Trans. AIME 224 (1962) 75*
- (49) B. JAOU, D. GONZALEZ (Mme) *Mém. Scien. Rev. Mét. 58 (1961) 81*
- (50) N.P. ALLEN *Mém. Scien. Rev. Mét. 61 (1964) 827*
- (51) A.S. KEH *Direct observation of Imperfections in crys-
tals Interscience, New-York (1962) 213*
- (52) J.C.M. LI *J. Appl. Phys. 33 (1962) 2958*
- (53) S. WEISSMANN, T. IMURA &
N. HOSAKAWA *Recovery and Recrystallization of Metals,
L. Himmel ed. Interscience Publishers,
New-York, London (1963) 241*
- (54) C. RZEPSKI & J. MONTUELLE *C. R. Ac. Sc. 254 (1962) 1633*
- (55) J. MONTUELLE *Mém. Scien. Rev. Mét. 65 (1968) 65*
- (56) J.L. WALTER & E.F. KOCH *Acta Metallurgica 11 (1963) 923*
- (57) W.G. BURGERS & P.C. LOUWERSE *Z. Phys. 67 (1931) 605*
- (58) R.W. CAHN *Proc. Phys. Soc. (London) A 63 (1950) 323*
- (59) C. MESSEGER *Mém. Scien. Rev. Mét. 58 (1961) 357*
- (60) P. MERKLEN, E. FURUBAYASHI,
S. KAJIWARA & H. HOSHIDA *C. R. Ac. Sc. 268 C (1969) 2559*
- (61) W.J. MCG TEGART *The electrolytic and chemical polishing of
metals, Pergamon Press, London, New-York
(1956) 93.*

ANNEXE I

Les différents stades de restauration des métaux cubiques à faces centrées (d'après H.G. Van Bueren, Imperfections in crystals (1960) North-Holland Publi. Cy. Amsterdam).

Modèle	Stade I	Stade II	Stade III	Stade IV	Stade V
A Van Bueren	Annihilation de paires proches	Migration d'interstitiels	Migration des bilacunes	Migration des lacunes	Autodiffusion
B Blewitt & Koehler	Diffusion du crowdian	Recombinaison des interstitiels dans les lacunes	Migration des lacunes	Superposition de divers processus	
C Seeger	Annihilation de paires proches, réarrangement dans les zones appauvries.	Recombinaison de paires éloignées migration de bilacunes	Migration d'interstitiels	Migration des lacunes	Autodiffusion
D Corbett & Walker	Annihilation de paires proches, migration d'interstitiels	Migration de di-interstitiels	Migration des lacunes ou destruction d'agglomérats	---	Autodiffusion

ANNEXE II

Les différents stades de restauration des métaux cubiques centrés et en particulier le fer (d'après J. Nihoul, Vacancies and interstitials in B.C.C. Metals, pages 679 et 733, International Conference on Vacancies and Interstitials in Metals, 23-28 septemb. 1968, Kernforschungsanlage, Jülich, Germany).

Stade	Interprétation
I	Annihilation de paires de Frenkel
II	Annihilation de paires éloignées, migration d'interstitiels
III	<u>Processus intrinsèques</u> : migration des lacunes vers les dislocations, réarrangement de groupes d'interstitiels, migration des interstitiels. <u>Autre école</u> : migration d'interstitiels vers les lacunes (processus bimoléculaire). <u>Processus extrinsèques</u> : vieillissement, redistribution des impuretés, migration du carbone vers les lacunes, migration des lacunes, migration des impuretés vers les dislocations, couplage carbone-lacune, atmosphères de Cottrell aux dislocations.
IV	Migration des lacunes
V	Réarrangement des dislocations
VI	Autodiffusion

ANNEXE III

CONSIDERATIONS THEORIQUES SUR LA RECRISTALLISATION

1 - Cinétique de croissance de la phase recristallisée (39)

A. Krupkowski et M. Balicki ont proposé en 1937 une loi classique de réaction chimique du premier ordre.

X étant la fonction recristallisée, t le temps et K une constante, cette loi se met sous la forme :

$$X = 1 - \exp (- Kt) \quad (1)$$

M. Cook et T.L. Richards, en 1946, considèrent que la restauration obéit à une loi du premier ordre et que la recristallisation se fait dans la zone restaurée suivant une loi du premier ordre. La relation finale s'écrit :

$$- \text{Log} (1 - X) = Kt^2 \quad (2)$$

W.A. Johnson et R.F. Mehl ont traité, en 1939, le cas de la transformation perlitique de l'austénite en partant des notions de germination suivie de croissance par diffusion. Appelant N la vitesse de germination et G la vitesse de développement radial des germes, ils aboutissent à la relation bien connue :

$$X = 1 - \exp \left(- f G^3 N \frac{t^4}{4} \right) \quad (3)$$

où f est un paramètre de forme.

La même année, M. Avrami apporte quelques changements à cette dernière relation. Il considère qu'il existe des sites privilégiés où il y a germination et que leur nombre décroît avec le temps. D'autre part, il ne se limite pas au cas où la vitesse de grossissement des germes est isotrope. Il obtient alors la relation suivante :

$$X = 1 - \exp (- B t^k) \quad (4)$$

où B est une constante et k un exposant compris entre 1 et 4. La relation d'Avrami est la plus générale : elle englobe les autres et tient compte du mécanisme de germination et croissance de la recristallisation.

2 - Théorie du processus de croissance de la phase recristallisée. Energie et entropie d'activation.

Que la recristallisation se fasse par migration des joints ou par germination, on se trouve finalement toujours devant le problème du déplacement d'une interface à travers une zone écrouie. N.F. Mott (40) et D. Turnbull (41) ont proposé les premiers une expression quantitative de la vitesse de déplacement de l'interface. Ces auteurs se sont basés sur le formalisme de la théorie générale de l'état transitoire.

Si A et B sont des sites d'atomes situés de part et d'autre de l'interface, la différence d'énergie libre entre A et B varie de $\Delta F/\text{atg}$; soit ΔF_A la différence d'énergie libre par atg. entre l'état activé et l'état B ; soit ν la fréquence avec laquelle les atomes tentent d'aller de A en B. C'est la fréquence de vibration effective dans la direction AB qui est égale à $\frac{kT}{h}$.

k, T et h étant respectivement la constante de Boltzmann, la température absolue et la constante de Planck.

La fréquence de saut d'un atome d'un site B à un site A sera :

$$f_{BA} = \frac{kT}{h} \exp \left(- \frac{\Delta F_A}{RT} \right) \quad (5)$$

de même

$$f_{AB} = \frac{kT}{h} \exp \left(- \frac{(\Delta F_A + \Delta F)}{RT} \right) \quad (6)$$

ce qui donne une fréquence effective

$$f = f_{BA} - f_{AB} = \frac{kT}{h} \exp \left(- \frac{\Delta F_A}{RT} \right) \left(1 - \exp \left(- \frac{\Delta F}{RT} \right) \right) \quad (7)$$

$G = f \lambda$ (8) est la vitesse d'avancement de l'interface, λ la distance qui sépare 2 atomes de A et de B, c'est-à-dire l'épaisseur de l'interface.

D'autre part, ΔF est petit devant RT . La relation (8) peut donc s'écrire -

$$G = \frac{kT\lambda\Delta F}{hRT} \exp \left(- \frac{\Delta F_A}{RT} \right) \quad (9)$$

Or, $\Delta F_A = \Delta U - T\Delta S = \Delta Q - \Delta W - T\Delta S = Q_g - RT - T\Delta S_A$

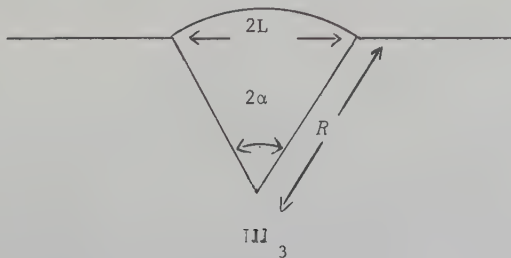
où Q_g est l'énergie d'activation mesurée et ΔS_A est la différence d'entropie entre l'état activé et l'état B, c'est-à-dire l'entropie d'activation. La relation (9) s'écrit alors :

$$G = \frac{e\lambda\Delta F}{hN} \exp \frac{\Delta S_A}{R} \exp \left(- \frac{Q_g}{RT} \right) \quad (10)$$

où e est la base des logarithmes népériens et N le nombre d'Avogadro.

3 - Mécanisme de recristallisation par migration des joints. Modèle théorique
proposé par J.E. Bailey et P.B. Hirsch (23).

Ces auteurs pensent qu'une très faible partie du joint migre en se courbant légèrement comme sur la figure ci-dessous :



En se basant sur le formalisme de la théorie de l'état transitoire, ils obtiennent une vitesse de croissance du grain recristallisé :

$$\frac{dV}{dt} = A b f \left[E - \gamma \left(\frac{dA}{dV} \right) \right] \quad (11)$$

où V est le volume, A la surface du grain recristallisé, E la différence d'énergie emmagasinée par unité de volume de part et d'autre du joint, γ l'énergie par unité de surface de l'interface, b^3 le volume occupé par un atome, t le temps; f est donnée par la relation :

$$f = \frac{\nu k}{RT} \exp \left(- \frac{\Delta F_A}{RT} \right) \quad (12)$$

Dans cette dernière relation, ΔF_A représente la différence d'énergie libre par atg entre un atome dans l'état initial et un atome dans l'état activé, R la constante des gaz parfaits, T la température absolue, ν la fréquence de vibration des atomes et k une constante égale au rapport du poids atomique sur la densité. La relation (11), exprimée par rapport à α et L, montre que pour qu'il y ait croissance du volume recristallisé, il faut que $\left[E - \gamma \left(\frac{dA}{dV} \right) \right]$ soit positif c'est-à-dire que L soit supérieur à $\frac{2\gamma}{E}$.

Les auteurs expriment ensuite le volume recristallisé en fonction de la durée de recuit isotherme et obtiennent des courbes qui présentent un minimum pour $\alpha = \pi$ (grain hémisphérique). Il en résulte une période d'incubation apparente. A partir de ce modèle, ils déterminent les valeurs de l'exposant k de la relation (4) d'Avrami et obtiennent un bon accord avec les valeurs expérimentales trouvées.

4 - Loi de croissance des grains après recristallisation

Après recristallisation, l'énergie libre peut encore diminuer par le terme énergie interfaciale. Cela revient à considérer un grossissement des grains. L'énergie interfaciale s'écrit :

$$\Delta F = \frac{K\sigma V}{r} \quad (13)$$

K étant une constante, σ la tension interfaciale, V le volume atomique et r le rayon de courbure du joint de grain. Il faut introduire, dans la relation (13), un terme correctif qui tient compte des impuretés et substituer à ΔF :

$$\Delta F' = \Delta F - M \quad (14)$$

où M est l'effet global dû à l'impureté.

La variation du diamètre du grain est proportionnelle à la variation d'énergie libre du système, ce qui s'écrit :

$$\frac{dD}{dt} = k' \Delta F = k'' \frac{\sigma}{D} \quad (15)$$

k' et k'' étant des constantes.

En intégrant la relation (15) et en appelant D_0 le diamètre du grain à l'instant $t = 0$, on obtient :

$$D^2 - D_0^2 = k''' \sigma t \quad (16)$$

Si D_0^2 est négligeable devant D^2 , D peut s'écrire :

$$D = K t^{\frac{1}{2}} \quad (17)$$

K étant une nouvelle constante.

La valeur $n = \frac{1}{2}$ de l'exposant de t est une limite que l'on n'obtient pratiquement qu'au voisinage du point de fusion.

ANNEXE IV

Relations angulaires entre plans réticulaires dans le réseau cubique centré

de la ferrite.

(d'après R.J. Peavier et J.L. Lenusky publié par AIME, IMD Special Reports Séries n° 8).

Nous avons limité le tableau original aux plans que nous avons effectivement utilisés dans le présent travail.

Angle de	avec	
100	100	0,00 (1) 90,00 (0)
	110	45,00 (1) 90,00 (0)
	211	35,26 (2) 65,90 (1)
	321	36,70 (3) 57,69 (2) 74,50 (1)
110	110	0,00 (2) 60,00 (1) 90,00 (0)
	211	30,00 (3) 54,74 (2) 73,22 (1) 90,00 (0)
	321	19,11 (5) 40,89 (4) 55,46 (3) 67,79 (2) 79,11 (1)
111	100	54,75 (1)
	110	35,26 (2) 90,00 (0)
	211	19,47 (4) 61,87 (2) 90,00 (0)
	321	22,21 (6) 51,89 (4) 72,02 (2) 90,00 (0)
211	211	0,00 (6) 33,56 (5) 48,19 (4) 60,00 (3) 70,53 (2) 80,40 (1)

Nota : Les chiffres entre parenthèses représentent le produit $Hh + Kk + Ll$ des indices des plans HKL de la première colonne avec le plan hkl de la seconde colonne.

TABLE DES MATIERES

AVANT-PROPOS

<u>INTRODUCTION</u>	1
<u>CHAPITRE I - RESTAURATION A LA TEMPERATURE ORDINAIRE</u>	5
I - <u>Conditions expérimentales</u>	5
1 - <u>Metaux étudiés</u>	5
2 - <u>Elaboration des fils</u>	6
a) Cas de l'or, de l'argent, du cuivre et de l'aluminium	6
b) Cas du zinc et du fer	7
3 - <u>Recuit des échantillons</u>	7
4 - <u>Essai de traction interrompue</u>	8
II - <u>Restauration des métaux cubiques à faces centrées</u>	11
III - <u>Restauration du zinc</u>	12
IV - <u>Restauration du fer</u>	15
V - <u>Analyse des phénomènes observés. Interprétation</u>	15
1 - <u>Point de vue cinétique</u>	15
2 - <u>Energie de restauration</u>	19
3 - <u>Résistivité</u>	20
4 - <u>Microscopie électronique</u>	20
5 - <u>Conclusion</u>	20

CHAPITRE II - POLYGONISATION ET RECRISTALLISATION DU FER (DIAMETRE

INITIAL DES GRAINS $\overline{D}_0 = 110 \mu.$)	23
I - Conditions expérimentales	23
1 - Préparation des échantillons	23
2 - Examen micrographique	23
3 - Numération des grains	24
II - Relation entre le taux de compression préalable et la taille du grain après un recuit de 30 mn. à 700°C	26
III - Interprétation micrographique de l'évolution du grain au cours du recuit	26
1 - Polygonisation	26
2 - Migration des joints	28
a) Description des phénomènes	28
b) Essai d'interprétation des phénomènes de mémoire des anciens joints de grains	30
c) Influence, sur la migration des joints des orientations relatives des cristaux adjacents	36
d) Cristaux insulaires de migration	36
3 - Germination et croissance	38
4 - Discussion	38
IV - Sensibilité de la limite élastique aux phénomènes de restauration et de polygonisation	41
V - Sensibilité de la limite élastique aux phénomènes de restauration et de recristallisation. Comparai- son avec l'observation micrographique	45

1 - <u>Autour de l'écrouissage critique de migration des joints</u>	45
a) Températures de 750 et 700°C	45
b) Températures inférieures ou égales à 650°C. Stabilité de la polygonisation	46
2 - <u>Autour de l'écrouissage critique de germination</u>	51
VI - <u>Evolution des grains au cours d'un recuit prolongé</u> ..	54
1 - <u>Etude expérimentale de la croissance des grains</u>	56
2 - <u>Aspects morphologiques des cristaux</u>	57
VII - <u>Confrontation de nos résultats expérimentaux avec la théorie</u>	60
 CHAPITRE III - <u>INFLUENCE DE LA TAILLE INITIALE DU GRAIN DE L'ECHANTILLON SUR LES PHENOMENES DE RECRISTALLISATION</u>	63
I - <u>Préparation des échantillons</u>	63
II - <u>Influence du diamètre du grain initial $\overline{D}_0$ sur les deux taux d'écrouissage critique</u>	64
1 - <u>Evolution du grain du métal préalablement écroui par recuit de 5 minutes à 850°C</u>	64
a) $\overline{D}_0 = 15 \mu$	65
b) $\overline{D}_0 = 110, 180$ et 240μ	65
c) $\overline{D}_0 = 400$ et 600μ	65
2 - <u>Interprétation micrographique</u>	66
III - <u>Etude du passage du domaine de recristallisation secondaire accélérée au domaine de polygonisation</u>	71
1 - $\overline{D}_0 = 15 \mu$	71
2 - $15 < \overline{D}_0 < 110 \mu$	73

IV - Explication de la variation de l'écrouissage critique de migration avec $\overline{D}_0$	76
V - Croissance des cristaux au cours de recuits prolongés	77

CHAPITRE IV - CONFIRMATION PAR MICROSCOPIE ELECTRONIQUE SUR LAMES

ULTRA-MINCES DE L'INFLUENCE DU DIAMETRE MOYEN DES GRAINS

<u>SUR L'ECROUISSAGE CRITIQUE DE GERMINATION</u>	79
--	----

I - Préparation des lames minces de fer	79
---	----

II - Les structures d'écrouissage par compression	81
---	----

1 - Structures écrouies dont le grain initial est de 600 μ	81
--	----

a) Domaine de polygonisation	81
b) Domaine de recristallisation par germination	81
c) Détermination des plans de glissement	84

2 - Structures écrouies dont le grain initial est de 15 μ	90
---	----

a) Domaine de recristallisation secondaire accélérée	90
b) Domaine de recristallisation par migration des joints	90
c) Domaine de recristallisation par germination	90

3 - Conclusion : rôle de la taille du grain	91
---	----

III - Evolution des structures d'écrouissage au cours du

<u>recuit</u>	94
---------------------	----

1 - Echantillons à gros grains de 600 μ	94
---	----

a) Domaine de polygonisation	94
b) Domaine de recristallisation par germination	94

2 - <u>Echantillons à grains fins de 15 μ</u>	100
a) <u>Domaine de recristallisation secondaire</u> <u>accélérée</u>	100
b) <u>Domaine de recristallisation par migration</u> <u>des joints</u>	101
c) <u>Domaine de recristallisation par germina-</u> <u>tion</u>	104
IV - <u>Evolution des structures d'écrouissage au cours d'un</u> <u>chauffage dans le microscope électronique</u>	104
<u>CHAPITRE V - LES DEUX PROCESSUS DE RECRISTALLISATION DU ZINC</u>	109
I - <u>Méthodes expérimentales</u>	109
1 - <u>Préparation des éprouvettes de compression</u>	109
2 - <u>Polissage chimique et attaque micrographique</u> ..	110
II - <u>Evolution du grain du métal préalablement écroui par</u> <u>recuit de 5 minutes à 300°C</u>	110
III - <u>Croissance des cristaux après recristallisation au</u> <u>cours d'un recuit de longue durée</u>	112
<u>CONCLUSIONS GENERALES</u>	117
<u>BIBLIOGRAPHIE</u>	
<u>ANNEXE I</u>	
<u>ANNEXE II</u>	
<u>ANNEXE III</u>	
<u>ANNEXE IV</u>	

Deuxième Thèse

Proposition donnée par la Faculté :

LES DIFFERENTS TYPES D'APPAREILS DE MESURES DE SUSCEPTIBILITE,
PERMEABILITE ET D'ANISOTROPIE MAGNETIQUES.
LE MAGNETOMETRE DE FONER.

NOM DE L'ETUDIANT : HILGER Jean Pierre

Nature de la thèse : Doctorat ès Sciences Physiques

Vu, Approuvé

et Permis d'imprimer

NANCY, le 20 Mars 1970



Le Doyen,

A handwritten signature in dark ink, consisting of a stylized 'J' followed by a horizontal line and a small flourish.

J. AUBRY

Cet exemplaire est imprimé
à des fins particulières et
ne peut en aucun cas être
vendu.

Achevé d'imprimer le 25 Mars 1970 au Service
de Documentation du Laboratoire de Métallur-
gie et Chimie du Solide associé au CNRS sous
n° 26 - Parc de Saurupt NANCY

Dépôt légal n° 10 - Faculté des Sciences, Editeur
1er trimestre 1970
